

OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE UN ACERO PULVIMETALÚRGICO AISI
316 CON ADICIÓN DE TITANIO 1%

YESID DARÍO VARGAS AYALA



UNIVERSIDAD PEDAGÓGICA Y TECNOLÓGICA DE COLOMBIA
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE METALURGIA
TUNJA
2018

OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE UN ACERO PULVIMETALÚRGICO AISI
316 CON ADICIÓN DE TITANIO 1%

YESID DARÍO VARGAS AYALA

Trabajo de grado para optar por el título de
Ingeniero Metalúrgico.

Directora

PhD YANETH PINEDA TRIANA
Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales.

Codirector:

Rolando Andrés Vargas Murcia.
Ingeniero Metalúrgico.

UNIVERSIDAD PEDAGÓGICA Y TECNOLÓGICA DE COLOMBIA
FACULTAD DE INGENIERÍA
ESCUELA DE METALURGIA
TUNJA
2018

Nota de aceptación

Firma del director

Firma del presidente del jurado

Firma del jurado

Firma del jurado

Tunja, 28 de mayo de 2018

DEDICATORIA

*En primera instancia este trabajo de grado va dedicado a Dios quien fue mi guía espiritual durante este proceso de formación profesional, a mis padres José Manuel Vargas Patiño y Carmen Ayala Reyes quienes con su esfuerzo y dedicación diaria lograron apoyarme hasta el último instante de mi carrera, a mis hermanos Alejandro Vargas y Sandra Roció Vargas por su apoyo incondicional y por generar esa fraternidad tan única, a Tatiana Toro Moreno por ser la luz de mis ojos en momentos oscuros, en ti pude brillar...
¡los amo!*

AGRADECIMIENTOS.

Agradecimientos totales a la Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia, a la escuela de Metalurgia y al centro de investigación INCITEMA, debido a ellos pude realizar mi formación profesional con gran satisfacción, a mis compañeros de carrera con los cuales pude entablar una amistad fraternal y finalmente a todas aquellas personas que indirectamente colaboraron en mi proceso.

TABLA DE CONTENIDO

| | Pág. |
|---|------|
| RESUMEN | 14 |
| INTRODUCCIÓN | 15 |
| 1. DEFINICIÓN DEL PROBLEMA | 16 |
| 2. JUSTIFICACIÓN | 17 |
| 3. OBJETIVOS | 18 |
| 3.1 OBJETIVO GENERAL | 18 |
| 3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS | 18 |
| 4. MARCO TEÓRICO | 19 |
| 4.1 MARCO CONCEPTUAL | 19 |
| 4.1.1 Pulvimetalurgia. | 19 |
| 4.1.2 Características de los polvos metálicos..... | 20 |
| 4.1.3 Aceros inoxidables austeníticos. | 24 |
| 4.1.4 Estudio de la resistencia a la corrosión y oxidación | 27 |
| 4.1.5 Oxidación a altas temperaturas..... | 32 |
| 4.1.6 Fundamentos de resistencia al desgaste | 34 |
| 4.2 ESTADO DEL ARTE | 37 |
| 5. DISEÑO METODOLÓGICO | 41 |
| 5.1 GENERALIDADES. | 42 |
| 5.2 CARACTERIZACIÓN DE MATERIAS PRIMAS..... | 44 |
| 5.2.1 Composición química. | 45 |
| 5.2.2 Morfología. | 45 |
| 5.2.3 Distribución granulométrica | 45 |
| 5.3 MEZCLA DE POLVOS Y COMPACTACIÓN | 46 |
| 5.3.1 Mezcla de polvos..... | 46 |
| 5.3.2 Compactación de polvos. | 47 |
| 5.3.3 Ensayos para las probetas en verde. | 48 |
| 5.4 SINTERIZACIÓN..... | 52 |
| 5.5 CARACTERIZACIÓN DE PROBETAS SINTERIZADAS Y ACERO 316 COMERCIAL. | 54 |
| 5.5.1 Porosidad. | 54 |
| 5.5.2 Densidad. | 54 |
| 5.5.3 Microestructura..... | 54 |
| 5.5.4 Microdureza..... | 55 |
| 5.6 DETERMINACIÓN DE LA RESISTENCIA AL DESGASTE..... | 56 |
| 5.6.1 Resistencia al desgaste..... | 56 |
| 5.7 DETERMINACIÓN DE RESISTENCIA A LA CORROSIÓN | 57 |
| 5.7.1 Resistencia a la corrosión método electroquímico. | 57 |
| 5.7.2 Resistencia a la corrosión por gravimetría. | 58 |

| | |
|--|-----|
| 5.8 ENSAYOS DE OXIDACIÓN A ALTAS TEMPERATURAS. | 59 |
| 6. RESULTADOS Y DISCUSIÓN. | 60 |
| 6.1 CARACTERIZACIÓN DE MATERIAS PRIMAS..... | 60 |
| 6.1.1 Composición química. | 60 |
| 6.1.2 Morfología. | 61 |
| 6.1.3 Distribución granulométrica. | 63 |
| 6.2 MEZCLA DE POLVOS Y COMPACTACIÓN | 65 |
| 6.2.1 Mezcla de polvos..... | 65 |
| 6.2.2 Compactación de polvos y ensayos para probetas en verde. | 67 |
| 6.2.3 Densidad. | 68 |
| 6.2.4 Porosidad. | 69 |
| 6.2.4 Termogravimetría (TGA)..... | 71 |
| 6.3 CARACTERIZACIÓN DE PROBETAS SINTERIZADAS Y ACERO 316 COMERCIAL. | 73 |
| 6.3.1 Porosidad. | 73 |
| 6.3.2 Densidad. | 77 |
| 6.3.3 Microestructura..... | 79 |
| 6.3.4 Microdureza..... | 80 |
| 6.4 DETERMINACIÓN DE RESISTENCIA AL DESGASTE | 82 |
| 6.4.1 Desgaste acero 316 (PM) sin adiciones sinterizado..... | 82 |
| 6.4.2 Desgaste acero 316 (PM+Ti) con adición de Titanio 1% sinterizado. | 83 |
| 6.4.3 Desgaste acero 316 comercial (AC)..... | 84 |
| 6.5 DETERMINACIÓN DE RESISTENCIA A LA CORROSIÓN | 86 |
| 6.5.1 Resistencia a la corrosión por el método electroquímico. | 86 |
| 6.5.2 Resistencia a la corrosión por gravimetría. | 90 |
| 6.6 ENSAYOS DE OXIDACIÓN A ALTAS TEMPERATURAS | 96 |
| 6.6.1 Determinación de la resistencia a la oxidación a alta temperatura..... | 96 |
| 7. CONCLUSIONES | 119 |
| RECOMENDACIONES..... | 122 |
| BIBLIOGRAFÍA..... | 123 |

LISTA DE FIGURAS

| | Pág. |
|---|------|
| Figura 1: Modelos característicos para las formas de partículas en polvo..... | 21 |
| Figura 2: (a) Efecto de la presión aplicada durante la compactación: (1) polvos sueltos iniciales después de llenado, (2) reempacado y (3) deformación de las partículas; y (b) densidad de los polvos en función de la presión. | 22 |
| Figura 3 Evolución de la porosidad en las distintas etapas del sinterizado. | 23 |
| Figura 4. Diagrama de equilibrio Fe-Cr..... | 25 |
| Figura 5: Diagrama ilustrativo de corrosión metálica: | 28 |
| Figura 6 : Curva potenciodinámica (Tafel) | 30 |
| Figura 7 Diagrama típico de resistencia a la polarización lineal (LPR). | 31 |
| Figura 8: Curva típica anódica potenciodinámica. | 32 |
| Figura 9: Etapas para la formación de película de óxido a altas temperaturas:..... | 33 |
| Figura 10: Ilustración de desgaste abrasivo. | 34 |
| Figura 11: Desgaste adhesivo: | 35 |
| Figura 12: Diagrama de flujo diseño metodológico. | 41 |
| Figura 13: Materias primas, a) Polvos de acero AISI 316 45 μm , b) Polvos de acero AISI 316 150 μm , c) Polvos de titanio 45 μm , d) Estearato de zinc. | 44 |
| Figura 14: Microscopio electrónico de barrido | 45 |
| Figura 15: Equipo para analizar el tamaño de partícula..... | 46 |
| Figura 16: Peso y almacenamiento de polvos: | 47 |
| Figura 17: a) Matriz, b) Maquina y c) Probeta en verde..... | 48 |
| Figura 18: Procedimiento para toma de densidad en verde. | 50 |
| Figura 19: Análisis de porosidad por medio del software Fiji. | 50 |
| Figura 20: Equipo para análisis termogravimétrico SDT Q600 | 51 |
| Figura 21: Rampa de calentamiento para sinterización | 52 |
| Figura 22: Proceso de sinterización: a) horno tipo mufla, b) tratamiento de temple, c) acabado final probeta sinterizada. | 53 |
| Figura 23 Proceso de preparación metalográfica. | 54 |
| Figura 24: Proceso de toma de microestructura probeta sinterizada..... | 55 |
| Figura 25: Proceso de toma de microdureza. | 56 |
| Figura 26: Tribómetro Microtest Serie MT/60/NI, microscopio y LEICA DVM 2500 | 57 |
| Figura 27: Montaje de celda electroquímica. | 58 |
| Figura 28: Montaje de ensayo gravimetría..... | 58 |
| Figura 29: Montaje de ensayo de oxidación a altas temperaturas..... | 59 |
| Figura 30: Ficha técnica polvos de Titanio..... | 60 |
| Figura 31: Morfología de los polvos de acero de 150 μm a 500X y 1000X..... | 61 |
| Figura 32: Morfología de los polvos de acero de 45 μm a 500X y 1000X..... | 62 |

| | |
|--|----|
| Figura 33: Morfología de polvos de Titanio de 45 a 1000X..... | 62 |
| Figura 34: Morfología probeta en verde acero 316 (PM) a 500X y 2000X | 67 |
| Figura 35: Morfología probeta en verde acero 316 (PM) más 1% de Titanio de 45 μm (PM+Ti) a 500X y 2000X..... | 68 |
| Figura 36: Microestructura Acero 316 (PM) sin adiciones sinterizada. | 79 |
| Figura 37: Microestructura Acero 316 (PM+Ti) con adición de Titanio 1% sinterizada | 79 |
| Figura 38: Microestructura Acero 316 comercial (AC) | 80 |
| Figura 39 Huella acero 316(PM) sin adiciones sinterizado. | 83 |
| Figura 40: Huella acero 316 (PM+Ti) con adición de Titanio 1% sinterizado..... | 84 |
| Figura 41: Huella acero 316 comercial. | 85 |
| Figura 42: Elementos presentes en la solución $\text{H}_2\text{SO}_4(1\text{N})+\text{NaCl}(250\text{ppm})$ probeta de acero 316 con adición de Ti. | 92 |
| Figura 43: Espectro para solución $\text{H}_2\text{SO}_4(1\text{N})+\text{NaCl}(250\text{ppm})$ probeta de acero 316 con adición de Ti..... | 93 |
| Figura 44: Elementos presentes en la solución $\text{H}_2\text{SO}_4(1\text{N})+\text{NaCl}(250\text{ppm})$ probeta de acero 316 sin adiciones. | 93 |
| Figura 45: Espectro para solución $\text{H}_2\text{SO}_4(1\text{N})+\text{NaCl}(250\text{ppm})$ probeta de acero 316 sin adiciones. | 94 |
| Figura 46: Elementos presentes en la solución $\text{H}_2\text{SO}_4(1\text{N})+\text{NaCl}(250\text{ppm})$ probeta de acero 316 comercial..... | 94 |
| Figura 47: Espectro para solución $\text{H}_2\text{SO}_4(1\text{N})+\text{NaCl}(250\text{ppm})$ probeta de acero 316 comercial..... | 95 |

LISTA DE TABLAS

| | Pág. |
|--|------|
| Tabla 1: Ensayos para probetas en verde | 42 |
| Tabla 2: Ensayos para probetas sinterizadas. | 43 |
| Tabla 3: Oxidación a altas temperaturas: | 43 |
| Tabla 4 : Composición química de polvos de acero 316 de 150 μ m y 45 μ m. | 60 |
| Tabla 5: Composición química acero 316 comercial..... | 61 |
| Tabla 6 Densidad en verde para acero 316 (PM) sin adiciones y acero 316 (PM+Ti) con adición 1% Ti..... | 68 |
| Tabla 7: Análisis de porosidad para acero 316 (PM) sin adiciones en verde..... | 69 |
| Tabla 8: Análisis de porosidad para acero 316 (PM+Ti) con adición de Titanio 1% en verde | 70 |
| Tabla 9: Análisis de porosidad para acero 316 (PM) sin adiciones sinterizada. | 74 |
| Tabla 10: Análisis de porosidad para acero 316 (PM) con adición de Titanio 1% sinterizada..... | 75 |
| Tabla 11: Densidad para probetas de acero 316(PM) y acero 316 (PM+Ti) sinterizadas..... | 77 |
| Tabla 12: Relación del cambio porcentual frente a las propiedades de porosidad y densidad antes y después del proceso de sinterización. | 78 |
| Tabla 13: Microdureza para probetas de acero 316 (PM), acero316 (PM+Ti) y acero 316 comercial (AC) en la escala de dureza Vickers..... | 80 |
| Tabla 14: Condiciones para el ensayo de desgaste (pin on disk) | 82 |
| Tabla 15: Resultados de masa perdida, volumen perdido y coeficiente de desgaste. | 85 |
| Tabla 16: Condiciones iniciales para determinar la resistencia a la corrosión de los diferentes tipos de probetas..... | 87 |
| Tabla 17: Resultados de la curva potenciodinámica Tafel para los tres diferentes tipos de acero 316. | 89 |
| Tabla 18: Velocidad de corrosión método de gravimetría para los tres diferentes tipos de acero 316. | 90 |
| Tabla 19: Diferentes tipos de probetas de acero 316 sometidas al ensayo de resistencia a la corrosión método gravimétrico. | 91 |
| Tabla 20: Datos para cambio de masa muestras de acero 316 (PM) sin adiciones a 400°C..... | 97 |
| Tabla 21: Datos para cambio de masa muestras de Acero 316 (PM+Ti) con adición de Titanio 1% a 400°C | 98 |
| Tabla 22: Datos para cambio de masa muestras de Acero 316 comercial (AC).... | 99 |
| Tabla 23: Datos para cambio de masa muestras de Acero 316 (PM) sin adiciones a 625°C | 100 |

| | |
|---|-----|
| Tabla 24: Datos para cambio de masa muestras de acero 316 (PM+Ti) con adición de Titanio 1% a 625°C | 101 |
| Tabla 25: Datos para cambio de masa muestras de acero 316 comercial (AC) a 625°C | 102 |
| Tabla 26: Datos para cambio de masa muestras de acero 316 (PM) sin adiciones a 850°C | 103 |
| Tabla 27: Datos para cambio de masa acero 316 (PM+Ti) con adición de Titanio 1% a 850°C | 104 |
| Tabla 28: Datos para cambio de masa acero 316 comercial (AC) | 105 |
| Tabla 29: Resultados de curvas típicas Tafel para las diferentes muestras de acero 316 sensitizados 360 horas a 400°C | 107 |
| Tabla 30: Resultados de curvas típicas Tafel para las diferentes muestras de acero 316 sensitizados 360 horas a 625°C | 108 |
| Tabla 31: Resultados de curvas típicas Tafel para las diferentes muestras de acero 316 sensitizados 360 horas a 850°C | 110 |
| Tabla 32: Resultados de curvas típicas Tafel para las diferentes muestras de acero 316 oxidada 500 horas a 400°C | 111 |
| Tabla 33: Resultados de curvas típicas Tafel para las diferentes muestras de acero 316 oxidada 500 horas a 625°C | 112 |
| Tabla 34: Resultados de curvas típicas Tafel para las diferentes muestras de acero 316 oxidada 500 horas a 850°C | 113 |
| Tabla 35: Espesor de capa de óxido por medio del MEB para muestras de acero 316 | 115 |
| Tabla 36: Espesor de capa promedio para las diferentes muestras de acero 316. | 117 |
| Tabla 37: Reporte de microdureza para las diferentes muestras de acero 316 oxidados. | 117 |

LISTA DE GRAFICAS

Pág.

| | |
|---|-----|
| Gráfica 1: Distribución granulométrica acero 316 de 150 μm | 63 |
| Gráfica 2: Distribución granulométrica Acero 316 de 45 μm | 64 |
| Gráfica 3: Distribución granulométrica para Titanio de 45 μm | 64 |
| Gráfica 4 Distribución granulométrica acero 316 de 150 μm y 45 μm (PM)..... | 65 |
| Gráfica 5: Distribución granulométrica acero 316 de 150 μm y 45 μm , más Titanio de 45 μm (PM+Ti). | 66 |
| Gráfica 6 : Grafica de curvas TGA para acero 316 (PM) sin adiciones en verde...71 | |
| Gráfica 7 :Grafica de curvas TGA para acero 316 con adición de Titanio 1% (PM+Ti) en verde..... | 72 |
| Gráfica 8 Comparación de porcentaje promedio de porosidad de las probetas en verde vs probetas sinterizadas | 76 |
| Gráfica 9: Densidad promedio para probetas en verde vs probetas sinterizadas. 77 | |
| Gráfica 10: Promedio de microdureza aceros 316 pulvimetalurgicos sinterizados y acero 316 comercial..... | 81 |
| Gráfica 11: Coeficiente de fricción acero 316 (PM) sin adiciones sinterizado..... | 82 |
| Gráfica 12: Coeficiente de fricción acero 316 (PM+Ti) con adición de Titanio 1% sinterizado..... | 83 |
| Gráfica 13: Coeficiente de fricción acero 316 comercial (AC)..... | 84 |
| Gráfica 14: Relación promedio del coeficiente de desgaste para las 3 diferentes probetas de acero 316. | 86 |
| Gráfica 15: Potencial de corrosión para los tres diferentes tipos de acero 316 en $\text{H}_2\text{SO}_4(1\text{N})+\text{NaCl}(250\text{ppm})$ | 87 |
| Gráfica 16: Resistencia a la polarización lineal de los tres diferentes tipos de acero 316..... | 88 |
| Gráfica 17: Curvas típicas potenciodinámicas Tafel para los tres diferentes tipos de acero 316..... | 88 |
| Gráfica 18 Relación de velocidad promedio de corrosión para los diferentes tipos de acero 316 por el método electroquímico. | 90 |
| Gráfica 19: Relación de velocidad promedio de corrosión para los diferentes tipos de acero 316 por el método gravimétrico..... | 96 |
| Gráfica 20: Oxidación a 400°C acero 316 (PM) sin adiciones. | 97 |
| Gráfica 21: Oxidación a 400°C acero 316 (PM+Ti) con adición de Titanio. | 98 |
| Gráfica 22: Oxidación a 400°C acero 316 comercial (AC). | 99 |
| Gráfica 23: Oxidación a 625°C acero 316 (PM) sin adiciones. | 100 |
| Gráfica 24: Oxidación a 625°C acero 316 (PM+Ti). | 101 |
| Gráfica 25: Oxidación a 625°C acero 316 comercial (AC) | 102 |
| Gráfica 26: Oxidación a 850°C acero 316 (PM) sin adiciones. | 103 |

| | |
|---|-----|
| Gráfica 27: Oxidación a 850°C acero 316 (PM+TI)..... | 104 |
| Gráfica 28: Oxidación a 850°C acero 316 comercial (AC) | 106 |
| Gráfica 29: Curvas Tafel para aceros 316 sensitizados 360 h a 400°C..... | 107 |
| Gráfica 30: Curvas Tafel para aceros 316 sensitizados 360 horas a 625°C | 108 |
| Gráfica 31: Curvas Tafel acero 316 sensitizados 360 horas a 850°C..... | 109 |
| Gráfica 32: Curvas Tafel acero 316 Oxidadas 500 horas a 400°C. | 110 |
| Gráfica 33: Curvas Tafel acero 316 Oxidadas 500 horas a 625°C | 111 |
| Gráfica 34: Curvas Tafel acero 316 Oxidadas 500 horas a 850°C | 112 |
| Gráfica 35: Ensayo de oxidación a alta temperatura comparación del rendimiento en velocidad de corrosión para las diferentes muestras de acero 316. | 113 |
| Gráfica 36: Relación de resultados de microdureza promedio para las diferentes muestras de acero 316 oxidado..... | 118 |

TITULO

OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE UN ACERO PULVIMETALÚRGICO AISI 316 CON ADICIÓN DE TITANIO 1%

RESUMEN

Este trabajo de investigación comprende la obtención y caracterización y su comportamiento de un acero pulvimetalúrgico AISI 316 con adición de Titanio 1% frente al desgaste, resistencia a la corrosión y condiciones de oxidación a altas temperaturas. Dentro de la metodología se encuentran una serie de ensayos a los cuales se sometieron las muestras fabricadas, destacando la caracterización de las materias primas analizando propiedades como morfología, distribución de tamaño de partícula y composición química.

Una vez terminada la caracterización; las materias primas fueron mezcladas para obtener muestras en polvo totalmente homogéneas. Cada muestra fue procesada por medio de compactación en una maquina universal de ensayos para producir cuerpos en verde.

Dichas muestras se llevaron a un proceso de sinterización en atmosfera de nitrógeno a 1200°C, donde posteriormente se sometieron a pruebas de resistencia a la corrosión por los métodos electroquímicos y gravimétricos en una solución acida de H_2SO_4 (1N) + NaCl (250PPM) donde el acero 316 con adición de Titanio obtuvo velocidades de corrosión de 21,37 mpy, y el acero 316 sin adiciones tuvo 29,42my, frente a los ensayos de desgaste por pin on disk se obtuvo coeficiente de desgaste de $6,5E-10$ y $7,34E-10$ respectivamente y finalmente los ensayos de resistencia a la corrosión a altas temperaturas lo gro evidenciar que el acero 316 con adición de Titanio presento valores más óptimos frente al acero 316 sin adiciones.

Como producto de lo anterior se obtiene que la adición de Titanio en el acero 316 ayuda a mejorar la resistencia a la corrosión, su resistencia al desgaste, y sus propiedades frente a la oxidación a altas temperaturas como también su dureza en general frente a la muestra de acero 316 pulvimetalúrgico sin adiciones.

Palabras clave: Desgaste, corrosión, oxidación, pulvimetalurgia, caracterización, sinterización, morfología.

INTRODUCCIÓN

En el tema de nuevos materiales, varias de las grandes mejoras e innovaciones del siglo pasado se han realizado gracias al desarrollo de la pulvimetalurgia (PM); el éxito de esta técnica se debe a que abre la posibilidad de fabricar piezas de alta calidad de formas complejas con dimensiones cercanas a las del producto final y con mejores propiedades mecánicas, por su mayor homogeneidad y control del tamaño de los granos; factores esenciales para lograr la formación de enlaces fuertes entre las partículas y en consecuencia, incrementos en la dureza y tenacidad de los materiales. La tecnología PM es una realidad industrial, lo suficientemente madura como para asumir un papel preponderante en el desarrollo de materiales avanzados, para la obtención de piezas metálicas, de difícil manufactura, con excelentes tolerancias, de alta calidad y en grandes series. En este proceso se preparan aleaciones mezclando los polvos metálicos secos, en ocasiones, combinados con otros elementos como cerámicos o polímeros, prensándolos a alta presión y calentándolos después a temperaturas justo por debajo del punto de fusión del metal principal durante el tiempo suficiente para que se enlacen las partículas de los diferentes polvos; el resultado es una aleación sólida y homogénea con propiedades especiales. El desperdicio de materiales es reducido; admite combinaciones o mezclas poco comunes, y permite lograr grados de porosidad y permeabilidad controlados. Estas características hacen que la pulvimetalurgia se identifique como un proceso eficiente, de alta productividad, con ahorro de energía y materias primas. Consecuentemente, la tecnología de polvos, está creciendo y reemplazando métodos tradicionales para conformar piezas metálicas como la fundición y la forja. En este trabajo de investigación se presenta la obtención y el análisis de un acero pulvimetalúrgico AISI 316 con adición de Titano desde la caracterización de las materias primas, obtención de probetas en verde por medio de compactación, análisis de propiedades como porosidad y densidad antes del proceso de sinterización y posterior al mismo; dentro del cual se destaca el estudio del comportamiento frente a la resistencia al desgaste, resistencia a la corrosión mediante los métodos gravimétricos y electroquímicos, y resistencia a la oxidación a altas temperaturas en el cual se somete el material a condiciones agresivas; lo anterior permitió entonces la caracterización de este acero con el fin de determinar si resulta factible la adición de Titanio para suplir necesidades industriales en medios agresivos.

1. DEFINICIÓN DEL PROBLEMA

La pulvimetalurgia o metalurgia de polvos es la ciencia que estudia la fabricación de piezas a partir de polvos metálicos, siendo característico del proceso tener una matriz metálica (mayor porcentaje) con adiciones de polvos de diferentes aleantes metálicos para determinar sus propiedades finales. Se sabe que en la actualidad las aplicaciones a nivel industrial son mucho más exigentes en cuanto a terminados físicos de la pieza.

Teniendo en cuenta que, para la mayoría de aplicaciones en dicho sector, se emplean aceros pulvimetalúrgicos inoxidables austeníticos AISI 316 y que se ha evidenciado que dichas piezas fabricadas tienen buenos acabados superficiales, de precisión y propiedades mecánicas, pero no muy buenas propiedades de resistencia a la corrosión en medios ácidos y oxidación a altas temperaturas (400°C - 850°C). Actualmente esto es debido a los procesos de fabricación tradicional (compactación uniaxial y sinterización) en donde se genera un porcentaje remanente de porosidad en la pieza terminada, haciéndolo vulnerable a la oxidación por contacto químico con el aire a altas temperaturas y medios ácidos acuosos. Adicional a esto en la mayoría de los casos se presenta la formación de carburos de cromo debido a que estos aceros inoxidables austeníticos tienden a ser susceptibles al fenómeno de sensitización en presencia de aire a altas temperaturas, dando paso al fenómeno de corrosión intergranular.

Teniendo en cuenta lo expuesto anteriormente, se hace necesario buscar soluciones que superen dichos problemas y por ende nace la necesidad de obtener, evaluar y estudiar un acero pulvimetalúrgico inoxidable austenítico AISI 316 su comportamiento al adicionar titanio a la matriz como elemento de aleación en una cantidad determinada.

2. JUSTIFICACIÓN

La pulvimetalurgia es un proceso mediante el cual aumenta la posibilidad de aplicaciones usando acero inoxidable en el sector automotriz con componentes como sistemas de transmisión, motores, chasis, placas del embrague, cubo del embrague dando mejor rendimiento y bajo consumo de combustible. En la industria química su uso principalmente es en bajas concentraciones de ácido sulfúrico y compuestos orgánicos, la industria alimentaria especialmente en ausencia de revestimientos protectores entre otros, además en el sector nuclear donde no modifica sus características de tenacidad usados en intercambiadores de calor. De acuerdo a lo anterior este proyecto de investigación tiene como finalidad obtener, evaluar, y analizar las propiedades de un acero fabricado a través de pulvimetalurgia con matriz de AISI 316 y adición de titanio 1% con el fin de mejorar su comportamiento frente a la corrosión, desgaste y oxidación a altas temperaturas.

3. OBJETIVOS

3.1 OBJETIVO GENERAL

Analizar el comportamiento de un acero pulvimetalúrgico AISI 316 con adición de Ti 1%, frente al desgaste, resistencia a la corrosión, y condiciones de oxidación a alta temperatura.

3.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Caracterizar la morfología y la composición química de los polvos de acero inoxidable AISI 316 (150 μm y 45 μm) y titanio (45 μm).
- Compactar los polvos de acero inoxidable AISI 316 (150 μm y 45 μm) y titanio (45 μm).
- Determinar metalografía, porosidad y densidad de las probetas en verde y sinterizadas.
- Evaluar por medio de tribología (desgaste) un acero AISI 316 con adición de titanio 1%. (pin-on-disk).
- Estudiar la resistencia a la corrosión (gravimetría y electroquímica).
- Realizar ensayos de oxidación a altas temperaturas en rangos de 400 °C, 625°C, y 850 °C (exposición al horno).

4. MARCO TEÓRICO

Para el desarrollo de esta investigación se tienen en cuenta los aportes de diferentes autores frente a los materiales pulvimetalúrgicos, más específicos en cuanto a los aceros inoxidable austeníticos.

4.1 MARCO CONCEPTUAL.

4.1.1 Pulvimetalurgia.

La pulvimetalurgia (PM) es un proceso de conformación que utiliza como materia prima un material en polvo.

Estos pueden ser obtenidos bien por métodos químicos (descomposición, por reacción química etc), métodos físicos que comprenden la atomización del metal fundido; y finalmente por métodos electrolíticos y mecánicos.

El proceso de pulvimetalurgia, en general se describe mediante tres etapas:

Etapas de mezclado: Si el material a obtener consiste en una aleación de dos o más elementos, se debe realizar un mezclado para garantizar la homogeneidad del polvo empleado en las sucesivas etapas del proceso.

- Etapa de compactación: el polvo se somete a un proceso de compresión, obteniendo lo que se conoce como compacto en verde. La compactación debe proporcionar la suficiente resistencia al material como para su manipulación, pero no será suficiente para su aplicación en ingeniería.
- Etapa de sinterización: El compacto en verde se calienta, usualmente en una atmósfera protectora a una temperatura menor a la de fusión del componente principal, con el fin de conseguir la unión de las partículas y, por tanto, su consolidación. En algunos casos, un constituyente menor llega a fundirse a la temperatura de sinterización, lo cual se conoce como sinterización en fase líquida, teniendo en cuenta que la cantidad de dicha fase es limitada, de manera que la pieza conserve su forma. En ciertos casos especiales las etapas de compactación y sinterización se combinan, es decir, la compactación se realiza a alta temperatura mientras va ocurriendo la sinterización; este proceso es conocido como compactación en caliente o sinterización a presión.¹

Hoy en día, el uso de las técnicas pulvimetalúrgicas está justificado en muchos casos por ser una opción más económica y eficiente que los procedimientos tradicionales de fundición o mecanizado. Además, este proceso es adecuado para la fabricación de grandes series de piezas pequeñas de gran precisión, para

¹ Gordon Dowson and David Whittaker, *Introduction to Powder Metallurgy The Process and Its Products*, European Powder Metallurgy Association, 2008, bk. 6
<<http://dx.doi.org/10.1017/CBO9781107415324.004>>.

materiales o mezclas poco comunes y para controlar el grado de porosidad o permeabilidad.

4.1.2 Características de los polvos metálicos.

El éxito de cualquier proceso pulvimetalúrgico depende en gran medida de una caracterización y control de los polvos metálicos.

El método de producción de los polvos influye en la morfología de las partículas, además de la naturaleza exacta de la distribución de tamaño de las mismas. Estas propiedades también direccionan el comportamiento de los polvos durante la compactación y la sinterización, además de la composición, estructura y propiedades del material sinterizado.²

Los polvos metálicos deben ser considerados como materia prima y no como producto final y por lo tanto se elaboran teniendo en cuenta su aplicación inmediata y los requisitos exigidos por ella, por cuya razón se emplean varios procedimientos para su obtención.

Los polvos metálicos se diferencian entre sí y se clasifican según las siguientes características: a) tamaño de partícula, b) forma de la partícula, c) perfil de superficie, d) porosidad y e) impurezas presentes. La forma de las partículas tiene una gran trascendencia, por lo que se ha de determinar si es angular, dendrítica, irregular o lisa y redondeada, dependiendo de la aplicación a la que van a destinarse.³

La forma de los polvos se caracteriza por la dimensionalidad de la partícula y su superficie de contorno. En una muestra real de polvos todas las partículas no tendrán el mismo tamaño a pesar de haber sido preparados de la misma manera, pero se puede inferir que la forma será esencialmente la misma; por lo tanto, la descripción más precisa para el tamaño corresponde a la distribución del mismo, mediante la generación de curvas que relacionen el tamaño de partícula con la fracción de polvos que lo exhiben.

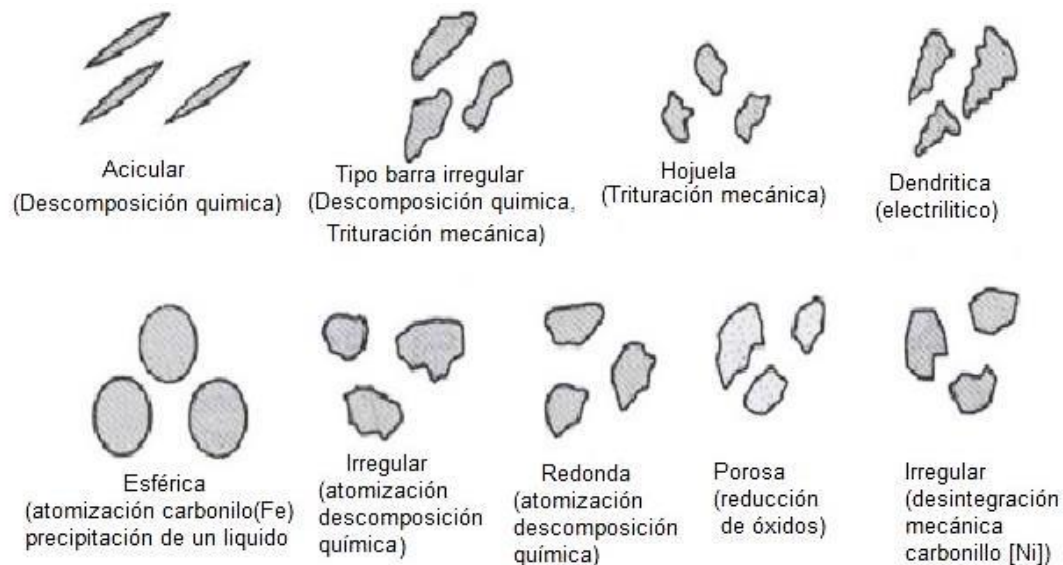
En la figura 1 se presentan esquemáticamente las configuraciones geométricas para la clasificación de polvos según su forma, y su relación con los procesos de obtención.

Además de la forma y distribución de tamaño de los polvos, es necesario conocer otras propiedades de las partículas tales como: fluidez, porosidad, densidad aparente, composición química (pureza), compresibilidad y facilidad de sinterización.

² G S Upadhyaya, 'Powder Metallurgy Technology', 1997, 158 (p. 3)
<<http://dx.doi.org/10.1073/pnas.0703993104>>.

³ Arturo Cervantes, 'Construcción de Un Atomizador Con Agua Para Obtener Polvos de Aluminio.', 2006

Figura 1: Modelos característicos para las formas de partículas en polvo



Fuente: EUROPEAN POWDER METALLURGY ASSOCIATION. Introduction to Powder Metallurgy, The Process and its Products. 2008.

4.1.2.1 Etapa de dosificación y mezcla.

El mezclado de los polvos tiene como objetivos: a) Obtener homogeneidad en la mezcla, ya que los polvos por lo general tienen distintos tamaños y formas y se logra una buena distribución uniforme mezclándolos; b) Cuando el producto a obtener incluye distintos metales y otros materiales (como las pastillas de carburo) la mezcla es necesaria para poder obtener propiedades homogéneas en el producto; c) Mezclar lubricantes con los polvos, con objeto de mejorar su fluidez.

Los polvos metálicos se deben mezclar con sus respectivas adiciones (dependiendo de las propiedades deseadas para la pieza terminada), para crear una mezcla homogénea.

Generalmente, para obtener las características requeridas es necesario mezclar polvos de tamaños y composiciones diferentes; igualmente, se pueden añadir aditivos que actúen como lubricantes durante la compactación cuyas concentraciones varían entre 0.5% y 1.5% en peso (para los polvos metálicos los más utilizados son los estearatos de Zn, Al, Li, Mg o Ca) que incrementen la resistencia del compactado en verde. El tiempo de mezclado puede variar desde

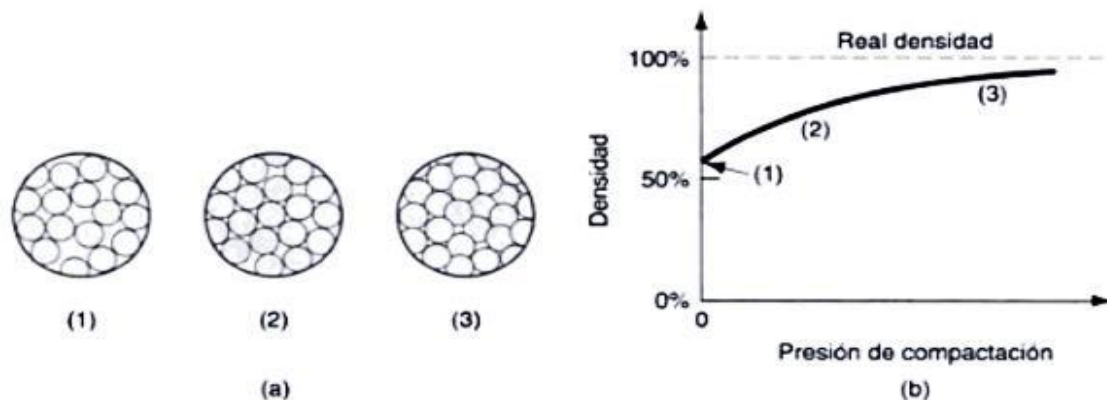
unos pocos minutos hasta varios días, dependiendo del material y de los resultados deseados.⁴

4.1.2.2 Etapa de compactación.

Durante esta operación se introduce la mezcla en un molde de acero o carburo rígido y se compacta bajo presión hasta obtener una pieza con la forma y el tamaño deseado. La presión que se aplica en la compactación produce inicialmente una preforma de los polvos, en un arreglo más eficiente, elimina los puentes que se forman durante el llenado, reduce el espacio de los poros e incrementa el número de puntos de contacto entre las partículas.

Al incrementarse la presión, las partículas se deforman plásticamente, ocasionando que el área de interacción aumente y entren en contacto partículas adicionales; esto viene acompañado de una reducción posterior del volumen de los poros⁵, ver figura 2.

Figura 2: (a) Efecto de la presión aplicada durante la compactación: (1) polvos sueltos iniciales después de llenado, (2) reempacado y (3) deformación de las partículas; y (b) densidad de los polvos en función de la presión.



Fuente: GROOVER, Mikell. Fundamentos de Manufactura Moderna: Materiales, Procesos y Sistemas. México, 1997.

4.1.2.3 Etapa de Sinterización.

En esta etapa la preforma en verde adquiere la resistencia y fuerza definitiva. Las piezas se introducen en un horno con temperatura controlada que no excede el

⁴ Gordon Dowson and David Whittaker, Introduction to Powder Metallurgy The Process and Its Products, European Powder Metallurgy Association, 2008, p. 8
<<http://dx.doi.org/10.1017/CBO9781107415324.004>>.

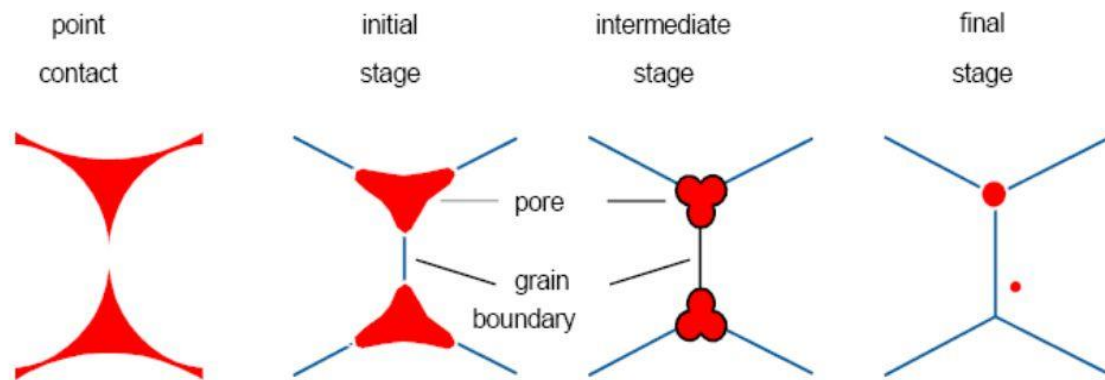
⁵ Mikell P Groover, Fundamentos de Manufactura Moderna: Materiales, Procesos Y Sistemas, 3ra Edició, bk. 347.

punto de fusión del metal base (entre el 60 y 90 por ciento antes de la fusión), con esto se logra la difusión atómica del material y la unión entre los diferentes polvos, lograda durante el proceso de compactación, y se fortalecen los enlaces metalúrgicos para formar una pieza uniforme con propiedades especiales.⁶

Durante la sinterización las partículas se sueldan por difusión y, en general, el material se densifica por reducción y contracción de la porosidad inherente al proceso de compactación. En el proceso de sinterización las variables que más influyen son la temperatura y el tiempo, siendo la primera la más importante al ser la difusión un mecanismo activado térmicamente.⁷

Este proceso consta de una serie de etapas dentro de las cuales se producen varios fenómenos tal como se evidencia en la figura 3.

Figura 3 Evolución de la porosidad en las distintas etapas del sinterizado.



Fuente: MERINO, Nubia. Fabricación y caracterización de materiales compuestos de matriz metálica reforzados con nanofibras de carbono. Madrid, 2010.

En la mayoría de los casos, la sinterización se lleva a cabo utilizando hornos eléctricos, pero si se requiere alcanzar temperaturas superiores, se utilizan múltiples tipos de hornos, todo depende de los polvos que se empleen⁸.

⁶ EUROPEAN POWDER METALLURGY ASSOCIATION. Introduction to Powder Metallurgy, The Process and its Products. [En línea]. 2008. Disponible en Internet: <URL: <http://www.epma.com/powder-metallurgyprocess>> [Recuperado el 15 de octubre de 2017]

⁷ MERINO, Nubia. Fabricación y caracterización de materiales compuestos de matriz metálica reforzados con nanofibras de carbono. Tesis para optar al grado de Doctor. Madrid. Universidad Complutense de Madrid, Facultad de Ciencias Químicas, Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica, 2010. p. 43.

⁸ PÉREZ, Sandra. Evaluación de la resistencia al desgaste y a la corrosión de un MMC sinterizado por plasma. Tesis para optar al grado de Doctor en Ingeniería y Ciencia de los Materiales. Tunja. Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia, Facultad de Ingeniería, 2015. p. 30.

Dado que las muestras pueden ser llevadas a diferentes procesos de sinterización, es posible encontrar procesos como la sinterización convencional en diferentes atmósferas, y la sinterización vía descarga luminiscente o plasma.

La sinterización se puede presentar cuando se produce la fusión parcial o total del componente de la mezcla de más bajo punto de fusión (sinterización en fase líquida), o cuando la temperatura empleada en el proceso es inferior al punto de fusión de los componentes (sinterización en fase sólida)⁹.

4.1.3 Aceros inoxidable austeníticos.

El concepto de los aceros inoxidable ha ido cambiando con el tiempo, por lo que actualmente se denominan aceros inoxidable a las aleaciones base hierro que contienen cromo en una proporción mínima del 10,5%. Con el aumento del contenido de este elemento y la presencia o ausencia de entre diez a quince de otros elementos, los aceros inoxidable pueden proporcionar una extraordinaria resistencia a distintos medios agresivos. La combinación de estos elementos da origen a las cinco grandes familias de aceros inoxidable: austeníticos, ferríticos, austeno-ferríticos (duplex), martensíticos y endurecibles por precipitación¹⁰.

Consideremos en primer lugar el diagrama Fe-Cr (figura 4), base de las aleaciones ferríticas, en el que se observa la acción alfégena del cromo, que restringe a elevadas temperaturas el campo de presencia de la austenita para favorecer en un amplio intervalo de temperatura y concentración, la presencia de la ferrita. Se observa que hasta aproximadamente un 12,7% Cr, existe un campo limitado de austenita.

Para contenidos menores de Cr, al ir aumentando la temperatura desde temperatura ambiente, tendremos inicialmente la separación de la ferrita, la que se transforma en austenita y finalmente una nueva transformación en ferrita.

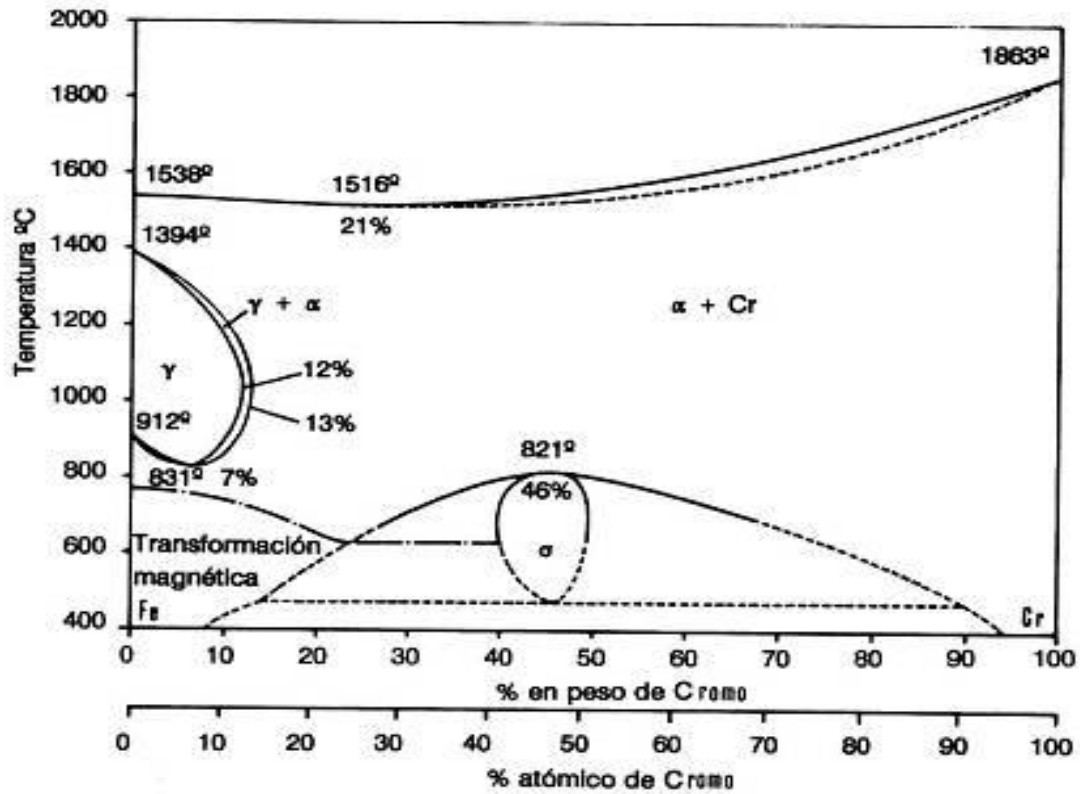
Al ir aumentando el contenido de Cr, se observa la presencia de otra fase denominada “fase sigma”. Ésta puede presentarse en los aceros inoxidable, especialmente en aquellos con elevado contenido en cromo, o en donde éste aumente localizadamente en concentración; originada por transformación de la ferrita, su presencia debe considerarse perjudicial ya que confiere fragilidad y disminuye su resistencia a la corrosión¹¹, lo anterior se visualiza en la figura 4:

⁹ PÉREZ, Sandra. Evaluación de la resistencia al desgaste y a la corrosión de un MMC sinterizado por plasma. Tesis para optar al grado de Doctor en Ingeniería y Ciencia de los Materiales. Tunja. Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia, Facultad de Ingeniería, 2015. p. 31

¹⁰ SÁENZ, José. Estudio comparativo de la resistencia a la corrosión de aceros inoxidable austeníticos clásicos, de muy bajo contenido de Níquel y pulvimetalúrgicos. Tesis para optar al grado de Doctor en Ciencia de los Materiales. Madrid. Universidad Complutense de Madrid, Facultad de Ciencias Químicas, 1994. p. 7.

¹¹ Ibid., p. 10.

Figura 4. Diagrama de equilibrio Fe-Cr



Fuente: SÁENZ, José. Estudio comparativo de la resistencia a la corrosión de aceros inoxidables austeníticos clásicos, de muy bajo contenido de Níquel y pulvimetalúrgicos. Madrid, 1994.

4.1.3.1 Elementos de aleación en el acero inoxidable.

Con la finalidad de mejorar el comportamiento de los aceros inoxidables, se agregan elementos de aleación los cuales ayudan a favorecer ciertas de sus características fundamentales. Como ya es sabido, los aceros al carbono contienen: carbono, fósforo, silicio, manganeso y azufre.

Es por ello, que son llamados aceros aleados aquellos que además de los elementos anteriormente mencionados, contienen otros aleantes que pueden ser: níquel, cromo, manganeso, vanadio, molibdeno, titanio, silicio, wolframio, cobalto, cobre, entre otros. La influencia que cada uno de estos elementos pueda dar al material, es muy distinta y dependiendo el porcentaje empleado, se obtienen aceros con características diferentes.¹²

¹² GARCÍA, Esther. Influencia de la temperatura del revenido en un acero aleado. Tesis pregrado. Universidad de Cantabria. España: Universidad de Cantabria, 2016. p. 13.

4.1.3.2 Efecto de la adición de titanio (Ti) en los aceros inoxidable auténticos.

Los aceros inoxidable austeníticos presentan mayor resistencia a la corrosión que los ferríticos y martensíticos, debido a que los carburos de cromo se descomponen y los elementos permanecen en solución sólida por enfriamiento rápido desde alta temperatura. Sin embargo, son susceptibles al fenómeno de “sensitización”, el cual se refiere a la pérdida de la resistencia a la corrosión, la cual puede ocurrir si los aceros son enfriados lentamente desde la temperatura de disolución (1100°C) o recalentados en el rango de temperaturas 550 – 850 °C¹³.

La sensitización está asociada con la precipitación de carburos en los límites de grano. El carbono se combina con el cromo para formar carburos de cromo en el borde de los granos, como el $M_{23}C_6$. El área adyacente a los carburos tiene menor cantidad de cromo (menor al 11%), evitando que se forme la película protectora de óxido de cromo, perdiendo la resistencia a la corrosión.

Cuando la red de carburos de cromo es continua, la región empobrecida en cromo alrededor de los granos puede ser atacada selectivamente, y en el peor de los casos, se corroe completamente y los granos se separan del metal base, ocasionando corrosión intergranular. Uno de los métodos utilizados para contrarrestar el fenómeno de sensitización, es la adición de elementos “estabilizantes” como el titanio (Ti), el cual tiene mayor afinidad con el carbono que el cromo, presentando además la ventaja de que el carburo de titanio se disuelve muy difícilmente en el hierro.

Cuando un acero austenítico con adición de titanio se calienta dentro del rango de temperaturas críticas de formación (700-900°C), comienzan a precipitarse carburos de titanio en lugar de los de cromo, evitándose con ello la disminución del porcentaje de cromo en los cristales de austenita próximos al carburo. A los aceros inoxidable de este tipo se los denomina "Estabilizados". El Titanio también forma nitruros y las adiciones realizadas para estabilizar el acero son levemente mayores (o en exceso) de las requeridas estequiométricamente para completar la precipitación del carbono y el nitrógeno.¹⁴.

¹³CAPÍTULO 2: METALURGIA DE LA SOLDADURA EN LOS ACEROS INOXIDABLES AUSTENÍTICOS [Anónimo]. [En línea]. Universidad de Piura, 2015, p. 42-58. Disponible en: Internet:<URL:http://www.biblioteca.udep.edu.pe/bibvirudep/tesis/pdf/1_49_187_14_372.pdf>.
[Recuperado el 20 de octubre de 2017]

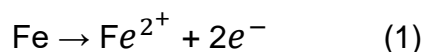
¹⁴ Ibid., p. 54

4.1.4 Estudio de la resistencia a la corrosión y oxidación

4.1.4.1 Definición de corrosión.

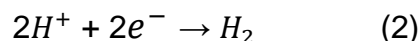
Llamamos corrosión a la oxidación espontánea de los metales. Se debe a un ataque destructivo del medio ambiente, a través de reacciones químicas o electroquímicas. En la corrosión electroquímica los átomos del metal son oxidados dejando la red del metal como iones, creando un exceso de electrones en la superficie del metal. Estos electrones pueden ser transferidos a una especie activa en el electrolito produciéndose la reacción de reducción. La reacción de corrosión se conoce como reacción anódica y las áreas del electrodo donde ocurre se les llama ánodos. La electroneutralidad de la materia exige que, en otros puntos, conocidos por cátodos, se reduzca alguna sustancia del medio ambiente en contacto con el material metálico. Las áreas donde ocurre la reacción catódica (de reducción) se denominan cátodos¹⁵.

En el caso del acero, la reacción anódica que tiene lugar es:

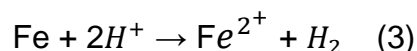


Consecuentemente, una reacción catódica tiene que tener lugar para iniciar y mantener la corrosión metálica.

Un ejemplo de reacción catódica es la reducción de protones.



La reacción de corrosión total será la suma de ambas reacciones.



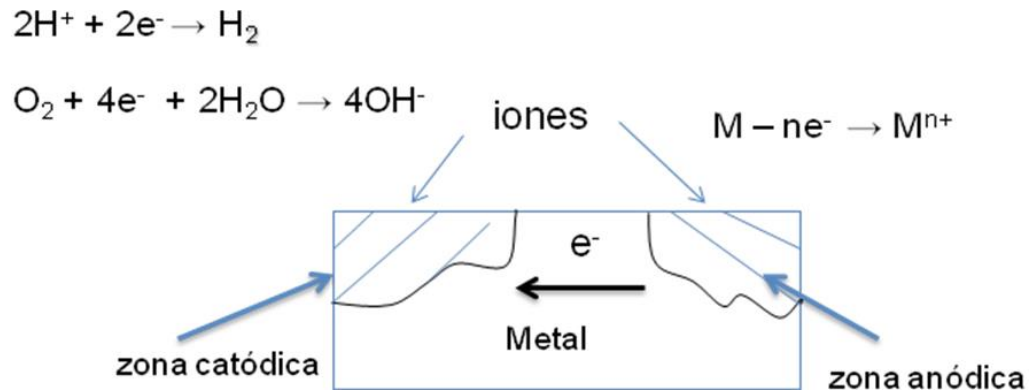
tanto la reacción anódica como catódica dan lugar a corrientes llamadas anódica y catódica respectivamente y la corriente total suma de ambos procesos es proporcional a la velocidad de corrosión.¹⁶

¹⁵ M.G. Fontana, N.D. Greene, Corrosion Engineering, second ed., New York: McGraw-Hill, 1978. p.350

¹⁶ Ibíd., p. 351

Un esquema del proceso descrito anteriormente se muestra en la figura 5:

Figura 5: Diagrama ilustrativo de corrosión metálica:



Fuente: M.G. Fontana, N.D. Greene, Corrosion Engineering, second ed., New York: McGraw-Hill, 1978. p.351.

4.1.4.2 Técnicas para la medición de corrosión electroquímica.

Existen diferentes técnicas electroquímicas para la medición de la corrosión, ya que las reacciones electroquímicas son reacciones químicas en las que no sólo se agregan o se quitan elementos de una especie química, sino también por lo menos una especie sufre un cambio en su valencia. La gran mayoría de los materiales de ingeniería se disuelven por reacciones electroquímicas, en donde los procesos químicos son a menudo importantes, pero la disolución de materiales metálicos requiere una oxidación del elemento metálico, con el fin de hacerlo soluble en una fase líquida.

De hecho, para que se lleve a cabo el fenómeno de corrosión es indispensable que se cumplan cuatro requisitos: existencia de un ánodo y un cátodo, camino electrolítico para la conducción iónica entre los 2 sitios de reacción (anódico y catódico), y un camino eléctrico para la conducción de electrones entre los mismos¹⁷. La mayoría de las medidas de la corrosión implican una exploración del potencial de electrodo de trabajo y una medida de la corriente resultante. En este caso se habla de ensayos potenciodinámicos puesto que el potencial aplicado cambia continuamente. En otros casos es útil mantener el potencial constante y conocer la corriente resultante como una función del tiempo, esta clase de experimento se llama potencioestático. También es posible (y a veces deseable) controlar la corriente en el electrodo de trabajo y medir el potencial resultante. Si la corriente es variada controlando el instrumento, la medida se llama exploración galvanodinámica. Si se

¹⁷ ASM International. ASM Metal's Handbook. Corrosion. 1992, Vol. 13, p.6.

mantiene un valor de corriente constante y se genera una gráfica de potencial vs. tiempo, el experimento se denomina galvanostático¹⁸.

Teniendo en cuenta lo anterior se presentará algunas técnicas para la medición y el estudio de la corrosión electroquímica:

4.1.4.3 Curvas potenciodinámicas.

Los procesos electroquímicos son de tipo no lineal, lo cual dificulta esta tarea. Dado que muchos procesos electroquímicos poseen una relación corriente-voltaje que sigue la cinética de Butler–Volmer, para un electrodo que se corroe se tiene la siguiente ecuación 1¹⁹:

$$i = i_{\text{corr}} \left(\exp \frac{\eta}{\beta_a} - \exp \frac{\eta}{\beta_c} \right) \quad (4)$$

donde η es el sobrepotencial, β_a es la pendiente anódica Tafel, y β_c es la pendiente catódica Tafel. Esta ecuación indica que a menos que los sobrepotenciales sean pequeños comparados con las pendientes Tafel, sin embargo, se generarán altas corrientes potencialmente destructivas durante la polarización del material. Para sobrepotenciales pequeños (usualmente del orden de 10 a 15 mV), la ecuación de Butler–Volmer puede ser linealizada; este desarrollo fue hecho por Stern y Geary para conducir a la siguiente correlación para la ecuación 2²⁰:

$$i_{\text{corr}} = \frac{\beta_a \beta_c}{(\beta_a + \beta_c) R_p} \quad (5)$$

en la cual R_p corresponde a la resistencia a la polarización, la cual es inversamente proporcional a la velocidad de corrosión.

Por lo tanto, mediante la determinación de la resistencia a la polarización de un material en determinado ambiente, se puede estimar la velocidad de corrosión, siempre y cuando se conozcan las pendientes Tafel²¹.

Un diagrama de Tafel puede generar el i_{COR} directamente, o puede dar el valor de las constantes Tafel β_a y β_c , que pueden utilizarse con el valor de R_p (resistencia a

¹⁸ PRINCETON APPLIED RESEARCH. Application Note CORR-4. Subject: Electrochemistry and Corrosion: Overview and Techniques. [En línea]. 2016

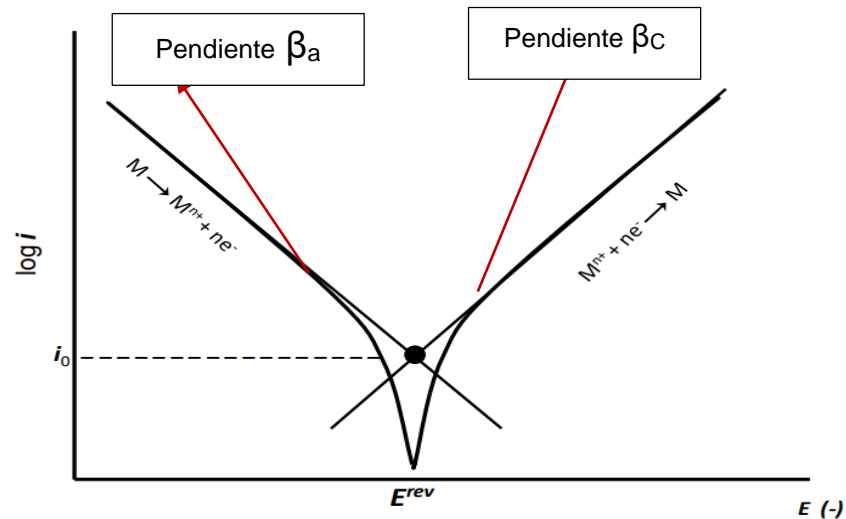
¹⁹ *Ibíd.*, p 2

²⁰ *Ibíd.*, p 2

²¹ KELLY, Robert., et al. Electrochemical Techniques un Corrosion Science and Engineering. New York: Marcel Dekker, 2003, p.384.

la polarización) para calcular el valor del i_{cor} . En la figura 6 se puede ver el diagrama típico de una curva Tafel.

Figura 6 : Curva potenciodinámica (Tafel)



Fuente: PRINCETON APPLIED RESEARCH. Application Note CORR-4. Subject: Electrochemistry and Corrosion: Overview and Techniques. [En línea]. 2018.

4.1.4.4 Resistencia a la polarización lineal (LPR)

Este método es ampliamente utilizado para la determinación de la resistencia a la polarización R_p mediante la imposición de pequeñas perturbaciones de potencial, midiendo la corriente relacionada al alcanzar tales perturbaciones.

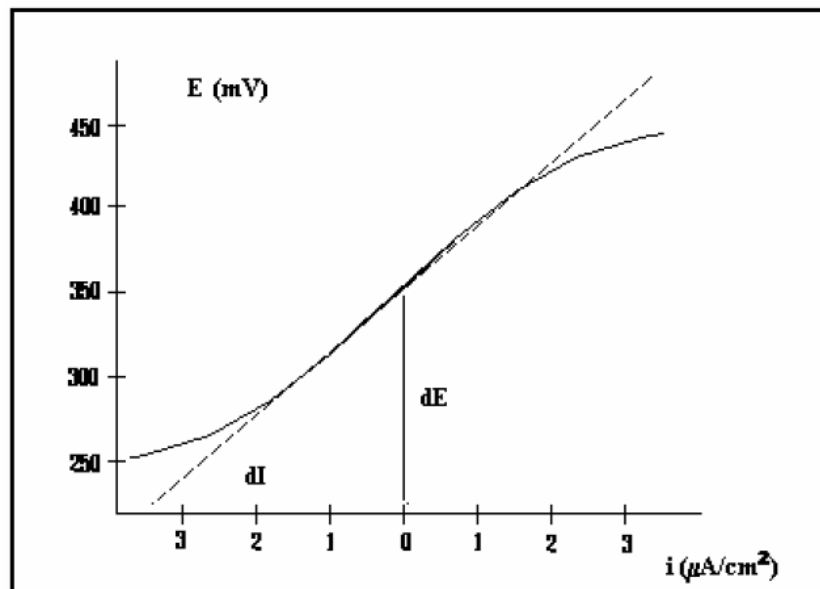
Se utilizan pequeñas rampas de voltaje con el fin de evaluar la oposición de la interface electroquímica al paso de corriente, que es inversamente proporcional a la velocidad de corrosión del metal²².

En esta técnica (LPR por sus siglas en inglés) se toman lecturas de corriente en un barrido lento y corto del potencial, típicamente de -20 a +20 mV con respecto al potencial de circuito abierto. Durante este intervalo, la gráfica es aproximadamente lineal²³. Lo anterior es representado en la figura 7.

²² KELLY, Robert., et al. Electrochemical Techniques un Corrosion Science and Engineering. New York: Marcel Dekker, 2003, p..385.

²³ VEGA, Juan. Estudio paramétrico de variables de corrosión en fluidos acuosos que contienen CO2. Tesis para optar al grado de magíster en Metalurgia y Ciencia de los Materiales. Tunja. Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia, Facultad de Ingeniería, 2012.

Figura 7 Diagrama típico de resistencia a la polarización lineal (LPR).



Fuente: M.G. Fontana, N.D. Greene, Corrosion Engineering, second ed., New York: McGraw-Hill, 1978. p.355.

4.1.4.5 Polarización anódica potenciodinámica.

Esta técnica se emplea comúnmente para determinar las características activa/pasiva de un sistema metal/solución determinado.

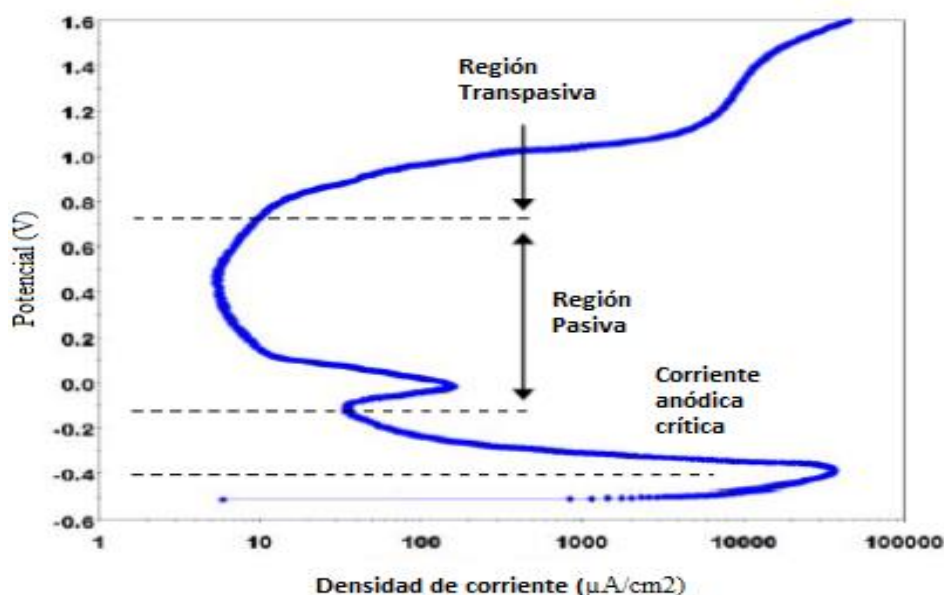
La técnica utiliza un barrido de potencial que comienza típicamente en el potencial de circuito abierto (E_{COR}) explorando en una dirección positiva, generalmente a un potencial positivo suficiente para oxidar la muestra. La velocidad de barrido es típicamente 0,1 mV/s a 5 mV/s. Generalmente se adquieren datos más confiables a bajas velocidades de barrido. El gráfico traza el potencial aplicado vs. Logaritmo de la corriente medida.

Con este tipo de ensayos se puede obtener información útil a partir de la curva potenciodinámica obtenida, por ejemplo, la forma total de la curva es indicativa del comportamiento de la corrosión del material, se puede determinar fácilmente si la pasivación es espontánea o no.

Además, es posible identificar los sistemas metal-solución capaces de inducir un cambio espontáneo desde el comportamiento pasivo al comportamiento activo. Los valores de potencial y corriente en los puntos críticos revelan con gran detalle las tendencias de pasivación de una muestra²⁴; tal como se evidencia en la figura 8.

²⁴ PRINCETON APPLIED RESEARCH. Application Note CORR-4. Subject: Electrochemistry and Corrosion: Overview and Techniques. p. 10. (En línea). 2018

Figura 8: Curva típica anódica potenciodinámica.



Fuente: PRINCETON APPLIED RESEARCH. Application Note CORR-4. Subject: Electrochemistry and Corrosion: Overview and Techniques. [En línea]. 2018.

4.1.5 Oxidación a altas temperaturas.

La oxidación a temperaturas elevadas, puede ser un proceso netamente químico. Cuando un metal opera a alta temperatura, salvo algunos casos, no es posible la existencia de una película líquida conductora sobre su superficie (electrolito), en estas condiciones la reacción de oxidación tiene lugar a través de un mecanismo que consiste en una reacción química directa, entre el metal y un gas agresivo, obteniéndose como resultado de esta reacción la formación de óxidos²⁵.

Los principales procesos de corrosión a alta temperatura son la oxidación, carburación, sulfidización, nitruración y corrosión por sales fundidas. En los problemas de corrosión, la actividad del oxígeno es suficiente para que se produzca la oxidación, en donde un ambiente fuertemente oxidante involucra altas actividades de oxígeno, y en ambientes reductores bajas actividades de oxígeno, siendo los medios reductores más agresivos que los medios oxidantes, ya que la generación de la capa de óxido protector es más lenta²⁶.

²⁵ MARULANDA, José. Estudio de la resistencia a la oxidación en vapor de aceros inoxidables. Tesis para optar al grado de Doctor en Ciencia de los Materiales. Madrid. Universidad Complutense de Madrid, Facultad de Ciencias Químicas, 2013.

²⁶ LAI, George. High temperature corrosion of engineering alloys. USA: ASM International, 1990. p.231

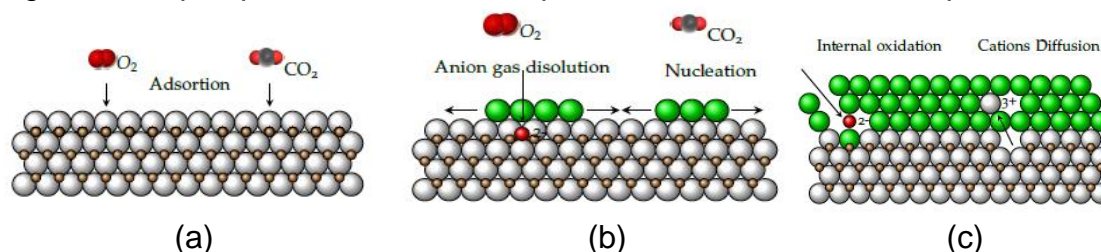
Para la carburación está determinada por la actividad del carbono y en la nitruración, el nitrógeno es el que controla el proceso.

4.1.5.1 Formación de la película de óxido.

En esta etapa de la formación de películas de óxido se describen varias etapas habituales del proceso²⁷ :

- Adsorción: Se produce el equilibrio heterogéneo sólido-gas, que suscita fenómenos de adsorción de las especies gaseosas en el sustrato metálico (figura 9 a).
- Nucleación: Se produce por la reacción de corrosión directa del metal y el agente agresivo. Cuando el producto de reacción es sólido, se crean puntos de nucleación en la superficie del sustrato (figura 9 b).
- Crecimiento: La capa de productos de corrosión crece en torno a los puntos de nucleación, formando varios tipos de defectos que condicionan el mecanismo de degradación. Si el agente agresivo puede acceder al sustrato, se produce la corrosión interna de la aleación. Así mismo, las especies catiónicas pueden difundir hacia la interfase óxido-gas y oxidarse externamente (figura 9 c).

Figura 9: Etapas para la formación de película de óxido a altas temperaturas:



Fuente: LAI, George. High temperature corrosion of engineering alloys. USA: ASM International, 1990. p.231.

Los procesos de corrosión a elevada temperatura suelen estar controlados por alguna de estas etapas. Especialmente, la tasa de adsorción o la de crecimiento, suelen ser los factores limitantes más habituales que afectan la velocidad de degradación del material. Por lo tanto, es preciso evaluar los fenómenos de adsorción de especies gaseosas en sólidos, la termodinámica de formación de productos de corrosión y los procesos de transporte de especies en estado sólido²⁸.

²⁷ PROY, Manuel. Corrosión a alta temperatura de acero al carbono y acero inoxidable austenítico en atmósferas contaminadas por CO_2 . Tesis para optar al grado de Doctor. Madrid: Universidad Rey Juan Carlos de Madrid, 2013. p. 32-34.

²⁸ PROY, Manuel. Corrosión a alta temperatura de acero al carbono y acero inoxidable austenítico en atmósferas contaminadas por CO_2 . Tesis para optar al grado de Doctor. Madrid: Universidad Rey Juan Carlos de Madrid, 2013. p. 32-34.

4.1.6 Fundamentos de resistencia al desgaste

4.1.6.1 Definición de desgaste y generalidades.

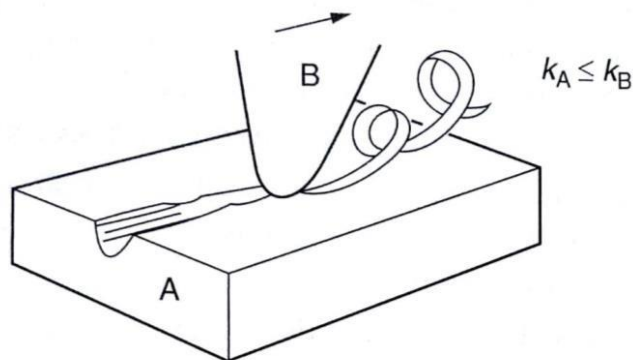
El desgaste puede ser definido como el proceso mediante el cual material es desprendido de una o de ambas superficies que se encuentran en contacto, ocurriendo cuando estas se encuentran en movimiento relativo una de la otra. En general, se han definido cuatro mecanismos mediante los cuales ocurre el fenómeno de desgaste: adhesión, abrasión, fatiga y acciones triboquímicas, otros mecanismos como picadura, fretting, erosión, cavitación, etc, son abarcados por los cuatro mecanismos mencionados anteriormente²⁹.

Teniendo en cuenta lo anterior, para el actual trabajo se mencionarán los tipos de desgaste de interés:

- Desgaste abrasivo.

En este tipo de desgaste el material es removido de una superficie por partículas duras, de una superficie que es deslizada contra otra³⁰. Lo anterior se evidencia en la figura 10.

Figura 10: Ilustración de desgaste abrasivo.



Fuente: ASHBY, Michael F y JONES, David. Engineering Materials 1, Second Edition. United Kingdom: Butterworth-Heinemann publications, 1996. p. 248.

El desgaste por abrasión de dos cuerpos ocurre cuando las protuberancias duras de una superficie son deslizadas contra otra.

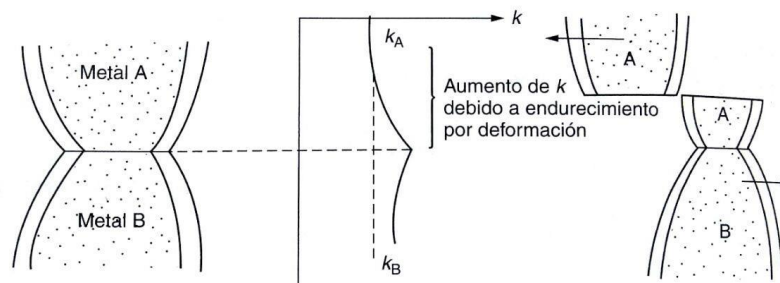
²⁹ TREVIÑO, Alvaro. Desarrollo de una metodología para pruebas de erosión. Tesis para optar al grado de Maestro en Ciencia de la Ingeniería Mecánica con Especialidad en Materiales. Nuevo León: Universidad Autónoma de Nuevo León, Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica, 2004.

³⁰ HUTCHINGS, Ian. Tribology: friction and wear of engineering materials. Great Britain: Hodder and Stoughton Limited, 1992. p. 273.

- Desgaste adhesivo.

En el desgaste adhesivo, también llamado rayado, erosión, prendimiento y ludimiento de las superficies, pequeñísimas salientes producen fricción por interferencia mecánica, con movimiento relativo de las superficies en contacto que incrementan la resistencia para movimiento ulterior. Si la fuerza de impulso es suficiente para mantener el movimiento, las partículas interlazadas se deforman. Si son de un material frágil, pueden arrancarse de lo cual se llega a la conclusión de que la resistencia al desgaste se mejorará evitando el contacto metal-a-metal e incrementando la dureza para resistir el mellado inicial, aumentando la tenacidad para resistir la separación violenta de las partículas metálicas, e incrementando la uniformidad de la superficie para eliminar las salientes³¹. En la figura 11 se ilustra este tipo de desgaste.

Figura 11: Desgaste adhesivo:



Fuente: AVNER, Sydney H. Introducción a la metalurgia física, Segunda edición. México: Editorial McGrawHill, 1988. p. 563

4.1.6.2 Técnicas para la evaluación del desgaste.

A continuación, se mencionan los principales ensayos aplicados para la evaluación tribológica de materiales y/o superficies:

- Ensayo de desgaste abrasivo.

Este ensayo simula el mecanismo de desgaste abrasivo a tres cuerpos, introduciendo sílice o alúmina entre el material y una rueda metálica recubierta de caucho que gira de forma continua. De este modo puede evaluarse el volumen de material perdido en función de la carga aplicada y la distancia recorrida por la rueda.

- Ensayos de desgaste por fricción.

En este ensayo se pone en contacto la muestra a evaluar con una bola (ball on disk), un punzón (pin on disk), o un disco (disk on disk) de cierto material (Si_3Ni_4 , Al_2O_3 , WC-6Co, acero, etc) que se hace rozar con la superficie de la misma bajo unas

³¹ AVNER, Sydney H. Introducción a la metalurgia física, Segunda edición. México: Editorial McGrawHill, 1988. p. 563.

condiciones controladas de temperatura, humedad, carga y desplazamiento. Como resultado se obtiene el coeficiente de fricción entre el par friccionante y el material. Para el análisis de la anchura y la profundidad del camino de desgaste generado y el volumen de material perdido se emplean técnicas de microscopía óptica o perfilometría.

- Ensayo de desgaste por erosión.

Este método de ensayo determina la pérdida de material por la erosión generada al impactar partículas sólidas arrastradas en una corriente de gas sobre el mismo. El objetivo es simular las condiciones ambientales que pueden presentar algunos materiales en servicio. Por este motivo, el equipo permite trabajar con diferentes tamaños de partícula, velocidades y ángulos de ataque³²; y finalmente caracterización de las huellas de desgaste y el estado superficial mediante microscopía y rugosímetro.

³² CPT Centro de Protección Térmica. Laboratorio de Tribología. [En línea]. Barcelona. Disponible en Internet: <<http://www.cptub.com/index.php/en/es/instalaciones/34-laboratorio-de-tribologia>> (Recuperado el 23 de febrero de 2018)

4.2 ESTADO DEL ARTE

PÉREZ, V. Sandra (2015). En este estudio se realizó la compactación y sinterización (por descarga luminiscente - plasma) de MMCs de acero con matriz austenítica y adiciones de TiC junto con su caracterización física, microestructural, tribológica y electroquímica. En los resultados se reporta que la adición de 6% (vol) de TiC, garantiza que los MMCs presentan el menor coeficiente de fricción y de desgaste. En el trabajo se concluye que el comportamiento a la corrosión no es sobresaliente, mediante la realización de ensayos de resistencia a la polarización (LPR), y la elaboración de curvas potenciodinámicas, lo cual limita la aplicación de estos materiales en medios que requieran alta resistencia al desgaste en ambientes corrosivos.

Se analizó el comportamiento del coeficiente de desgaste en seco de un compuesto de matriz metálica (MMC) fabricado por pulvimetalurgia, en acero inoxidable 316 reforzado con partículas de carburo de titanio (TiC) evaluando el efecto que tiene la granulometría en los MMC fabricados con 3 % en volumen de TiC, en muestras compactadas a 700 MPa y sinterizadas por medio de descarga luminiscente anormal. En la investigación se evidencia que el tiempo de molienda para este tipo de materiales es fundamental a la hora de obtener la mayor densidad, menor tamaño de poro y bajo coeficiente de fricción, garantizando la incorporación de las partículas cerámicas en la matriz de acero con mejoras en la resistencia al desgaste. Finalmente fabricaron MMCs con matriz de acero inoxidable AISI 316 reforzado con 3, 6 y 9% de carburo de titanio (TiC), encontrando que las adiciones de TiC generaron menor densificación al compuesto incrementando su porosidad. Mediante la realización de ensayos de desgaste pin on disk se evidenció que las mejores condiciones para la fabricación del compuesto se obtuvieron con una presión de compactación de 800 MPa y un contenido de refuerzo de 6% en volumen, obteniendo los menores valores de porosidad y la mayor densidad y microdureza. Se concluyó que la adición de partículas cerámicas (TiC) en la matriz de acero 316 representa mejoras en la resistencia al desgaste³³.

GOMEZ G. C. (2014). Realizó un trabajo de investigación para caracterizar y seleccionar la aleación de hierro grafitado pulvimetalurgia que cumpliera con especificaciones para fabricar guías de válvulas para motores diésel para la empresa colombiana MVM, a partir de las propiedades mecánicas y tribológicas. De acuerdo a los resultados obtenidos, el desempeño mecánico – tribológico de la guía

³³ PÉREZ, Sandra. Evaluación de la resistencia al desgaste y a la corrosión de un MMC sinterizado por plasma. Tesis para optar al grado de Doctor en Ingeniería y Ciencia de los Materiales. Tunja. Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia, Facultad de Ingeniería, 2015.

de hierro grafitado pulvimetalúrgico, es menor comparado con la guía comercial fundida que se usa actualmente en los motores diésel, y por lo tanto aún no cumple los requerimientos para su aplicación. El autor sugiere la realización de estudios más detallados de todos los fenómenos implicados en el proceso de fabricación³⁴.

PARDO A., et al, (2007). Evaluó la tendencia a la corrosión intergranular de aceros inoxidables austeníticos 316Ti y 321 y la influencia de la modificación de los contenidos de Ti, C y N. Mediante medidas electroquímicas de reactivación potencio dinámica en doble loop (DL-EPR) se elaboraron los diagramas sensitización/temperatura/tiempo de los materiales evaluados. Los autores concluyen que la adición de Ti mejora la resistencia a la corrosión intergranular y la precipitación de carburos de Ti reduce la formación de carburos ricos en cromo; adicionalmente, la reducción del porcentaje de carbono por debajo de 0,03% (peso) mejora la resistencia a la sensitización y la presencia de molibdeno en el acero 316Ti, minimiza la precipitación de carburos ricos en cromo debido a que el molibdeno incrementa la estabilidad de los carburos de titanio y tiende a reemplazar al cromo en la formación de carburos y compuestos intermetálicos³⁵.

UTRILLA M., (1995). Estudió el comportamiento frente a la oxidación a elevada temperatura (473, 673, 873 y 1073K, en una corriente de aire durante 120 horas) mediante análisis termo gravimétrico de muestras de acero AISI 304L y 316L, preparados por vía pulvimetalúrgica, versus sus contrapartes fundidas, generando un estudio de las leyes cinéticas que rigen el proceso de corrosión. Paralelo a este estudio, realizó ensayos electroquímicos (resistencia a la polarización) en diferentes tipos de soluciones (electrolitos) con diferentes valores de concentración de ácido. En esta memoria se presenta una completa caracterización del comportamiento a la corrosión de los materiales de estudio junto con su afectación en términos metalúrgicos, encontrando en todos los casos que los materiales obtenidos por PM presentan comportamientos menos favorables que los de sus contrapartes fundidas³⁶.

³⁴ GÓMEZ, Cristian. Análisis de propiedades mecánicas y tribológicas de la aleación pulvimetalúrgica de hierro grafitado. Tesis para optar al grado de Ingeniero Mecánico. Cali. Universidad Autónoma de Occidente, Facultad de Ingeniería, Departamento de Energética y Mecánica, 2014.

³⁵ Pardo, A., Merino, M., Coy, A. E., Viejo, F., Carboneras, M., & Arrabal, R. (2007). Influence of Ti, C and N concentration on the intergranular Ncorrosion behaviour of AISI 316Ti and 321 stainless steels. *Acta Materialia*, 55, 2239 – 2251. Obtenido de www.actamat-journals.com.

³⁶ Utrilla Esteban, M. V. (1995). Tesis doctoral: Estudio de la resistencia a la corrosión en distintos medios agresivos de los aceros inoxidables AISI 304L y 316L preparados por vía pulvimetalúrgica. Madrid, España: Universidad Complutense de Madrid.

PARDO A, (2007). Manifesto que los elementos formadores de carburos tales como Nb y Ti forman carburos que son mucho más estables que el Cr₂₃C₆, de modo que preferentemente se combinan con el carbono disponible y por lo tanto disminuir la oportunidad para que se forme el Cr₂₃C₆. De hecho, los aceros inoxidables de titanio modificado son materiales que se usan en aplicaciones nucleares. Este fenómeno se ha atribuido a las ventajas de titanio para mejorar la ductilidad después de la irradiación. Como resultado, hoy en día se usa el AISI 321 y el AISI 316Ti (Ti-estabilizado) y AISI 347 (Nb-estabilizado) para estas aplicaciones³⁷.

GARCÍA C, et al, (2007). Compactaron y sinterizaron polvos pulvimetalúrgicos de acero 304L y 316L (400, 600 y 800MPa y sinterización en atmósfera de vacío y N₂/H₂). Posterior a la sinterización aplicaron tratamientos térmicos de recocido y envejecido (375, 675 y 875 °C) con el fin de estudiar la resistencia a la corrosión por picadura mediante técnicas de polarización anódica y mediante ensayos con cloruro férrico. Las curvas de polarización revelaron que tanto la densidad como la atmósfera de sinterización son factores relevantes en el comportamiento anódico de las aleaciones. La resistencia al picado fue mayor para el acero 316L y para las muestras con mayores densidades sinterizadas en vacío. Los tratamientos de envejecimiento a temperaturas medias y altas disminuyen la tendencia a la pasivación sin cambios apreciables en la susceptibilidad al picado, pero los tratamientos a 375°C muestran cierta mejora en la resistencia al picado. Los resultados fueron relacionados con la presencia de precipitados y principalmente con el constituyente laminar que se observó en algunas muestras sinterizadas en atmósfera de N₂/H₂³⁸.

BAUTISTA A. et al, (2006). Estudiaron el desarrollo del proceso corrosivo en componentes sinterizados a 1.120 y 1.250 °C fabricados a partir de polvos de AISI 316L y AISI 304L, determinando su resistencia a la corrosión mediante técnicas electroquímicas y ensayos de corrosión atmosférica (dos años) en ambientes urbano y marino. Los autores concluyen que la porosidad propia de estos materiales tiene un efecto adverso en la resistencia a la corrosión y que el desarrollo de los procesos de corrosión al interior de las muestras sinterizadas en atmósfera de N₂

³⁷ A. Pardo and others, 'Influence of Ti, C and N Concentration on the Intergranular Corrosion Behaviour of AISI 316Ti and 321 Stainless Steels', *Acta Materialia*, 55 (2007), 2239–51. Obtenido de: <http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2006.11.021>.

³⁸ C. García and others, 'Pitting Corrosion Behaviour of PM Austenitic Stainless Steels Sintered in Nitrogen-Hydrogen Atmosphere', *Corrosion Science*, 49 (2007), 1718–36. Obtenido de: <http://dx.doi.org/10.1016/j.corsci.2006.10.009>.

está fuertemente condicionado a la distribución de los precipitados Cr₂N observados³⁹.

PARVATHAVARTHINI N, (2002). La sensitización es un comportamiento de los aceros inoxidable austeníticos, y que este fenómeno es muy influenciado por varios factores, tales como la composición química, grado de deformación previa, tamaño de grano, el envejecimiento de metal frente a la temperatura-tiempo. La necesidad de generar datos sobre la cinética de sensibilización para la composición específica de los aceros inoxidable, para cuidar la variación del calor en los tratamientos térmicos. Se hizo un intento en esta investigación para comprender este aspecto mediante la creación de diagramas de tiempo-temperatura-sensibilización, diagramas de tasa continua de reflexión de sensibilización y línea crítica de enfriamiento para tres series de acero inoxidable AISI 316 en el que como el porcentaje en peso de carbono disminuye, se aumenta el de nitrógeno de manera que abarcan el lapso normal de rango de concentración para estas series. Se observó una variación sistemática de estos datos de sensibilización determinados experimentalmente en estos aceros inoxidable típicos. Esto eliminaría la necesidad de la generación independiente de datos de sensibilización para el acero inoxidable de composición especificada que está dentro del intervalo investigado aquí. La base de datos reportados para estas aleaciones también ayudará a recomendar los límites de velocidad crítica de enfriamiento para evitar la sensibilización durante la fabricación⁴⁰.

RODRÍGUEZ. Y, (2017). Evaluó un acero pulvimetalúrgico AISI 316 con tamaños de partícula de 150 µm y 45 µm. En este estudio se plantearon diferentes porcentajes para la matriz del material, obteniendo como resultado que la composición de 65% de polvos con tamaño de 150 µm y 35% de polvos con tamaño de 45 µm evidencio porosidades bajas, densidades cercanas a las reales y una mejora significativa en general⁴¹.

³⁹ Bautista and others, 'Corrosion Behavior of Powder Metallurgical Stainless Steels in Urban and Marine Environments', Revista de Metalurgia, 42 (2007), 175–84 (p.5). Obtenido de: <http://dx.doi.org/10.3989/revmetalm.2006.v42.i3.17>.

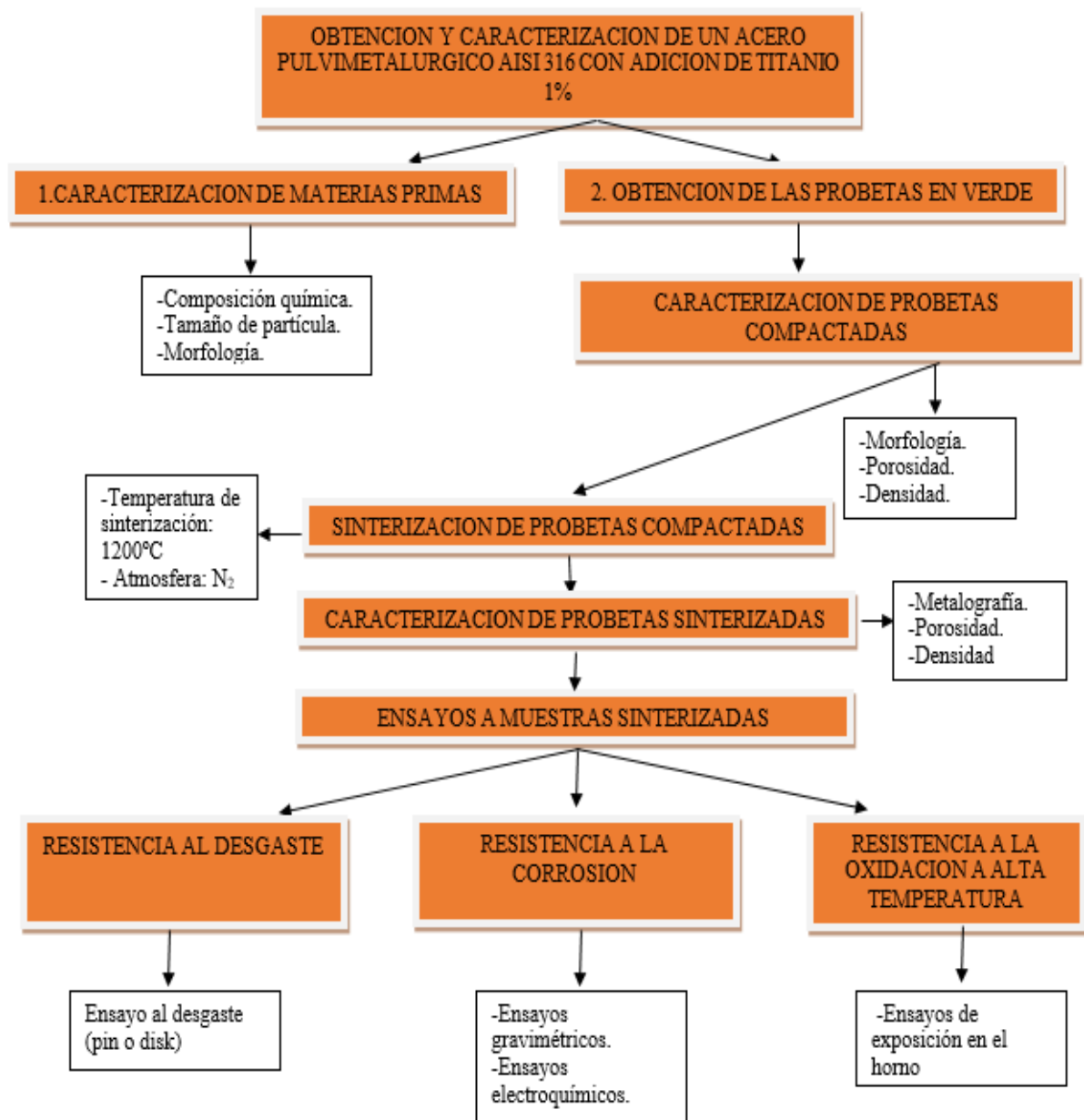
⁴⁰ N. Parvathavarthini and R.K K. Dayal, 'Influence of Chemical Composition, Prior Deformation and Prolonged Thermal Aging on the Sensitization Characteristics of Austenitic Stainless Steels', Journal of Nuclear Materials, 305 (2002), 209–19. Obtenido de: [http://dx.doi.org/10.1016/S0022-3115\(02\)00915-7](http://dx.doi.org/10.1016/S0022-3115(02)00915-7).

⁴¹ RODRÍGUEZ, A. Obtención de una aleación de acero AISI 316 de baja porosidad por pulvimetalurgia convencional, Tesis de Pregrado. Tunja: Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia, 2017 P.83

5. DISEÑO METODOLÓGICO.

Para el desarrollo de esta investigación se llevó a cabo una serie de etapas para obtener y caracterizar el acero AISI 316 pulvimetalúrgico con adición de titanio 1%; lo anterior se puede visualizar en la figura 12.

Figura 12: Diagrama de flujo diseño metodológico.



Fuente: Elaboración propia.

5.1 GENERALIDADES.

Es de vital importancia establecer características del proceso que se deben tener en cuenta al momento de realizar los ensayos, cada uno de los ensayos serán aplicables para diferentes tipos de probetas adicionando como patrón de comparación una barra de acero 316 comercial junto con un acero AISI 316 pulvimetalúrgico. Se debe tener claro que se obtienen dos tipos de probetas a partir de los polvos de acero AISI 316 las cuales se designaron como probetas en verde y probetas sinterizadas.

En la tabla 1 se mencionan los tipos de probetas, el número necesarias para cada ensayo y finalmente el tipo de ensayo al cual fue sometido:

Tabla 1: Ensayos para probetas en verde

| Nombre de la probeta. | Nombre del ensayo y cantidad de probetas | | | Total cantidad |
|--|--|------------|----------|----------------|
| | POROSIDAD | MORFOLOGÍA | DENSIDAD | |
| Acero 316 pulvimetalúrgico (PM) | 3 | 3 | 3 | 9 |
| Acero 316 pulvimetalúrgico con 1% de Ti (PM+Ti) | 3 | 3 | 3 | 9 |

Fuente: Elaboración propia.

Nota: *Se asigna en negrilla una abreviación para las probetas, estas serán empleadas en adelante para referirse a las mismas adicionando que para el acero 316 comercial con **AC**.

Posteriormente se sometieron los mismos tipos de probetas a una serie de ensayos los cuales miden las propiedades de los materiales frente a la corrosión, desgaste y oxidación a altas temperaturas; al igual que en el anterior caso se menciona en la tabla 2 los tipos de ensayos y la cantidad de probetas a ensayar:

Tabla 2: Ensayos para probetas sinterizadas.

| Nombre de ensayo | Nombre de la probeta y cantidad de probetas | | |
|------------------------------------|---|-------|-----|
| | PM | PM+Ti | AC |
| Resistencia al desgaste | 2 | 2 | 2 |
| Corrosión por electroquímica | 2 | 2 | 2 |
| Corrosión gravimétrica (inmersión) | 1 | 1 | 1 |
| Porosidad | 2 | 2 | N/A |
| Microestructura | 1 | 1 | 1 |
| Densidad | 2 | 2 | N/A |
| Microdureza | 1 | 1 | 1 |
| Total probetas | 11 | 11 | 6 |

Fuente: Elaboración propia.

En la tabla 2 se evidencia el número de muestras para cada ensayo. Adicional a esto se realiza el ensayo de oxidación a altas temperaturas en el cual requieren de un número de muestras para cada tipo de acero en un total de 18; ya que de este ensayo se tienen en cuenta que se repiten varios de los anteriores mencionados con la finalidad de comparar el comportamiento frente a esta propiedad.

Para evidenciar lo anterior se puede visualizar la tabla 3 especificando cada uno de los ensayos a los cuales se sometieron las muestras:

Tabla 3: Oxidación a altas temperaturas:

| OXIDACIÓN A ALTAS TEMPERATURAS | | | |
|--------------------------------|---------------|---------------|--|
| PROBETAS | TIEMPO(horas) | DENOMINACIÓN | ENSAYOS |
| PM | 360h | “Sensitizada” | <ul style="list-style-type: none"> - Electroquímico - MEB - Microdureza |
| | 500h | “Oxidada” | |
| PM+Ti | 360h | “Sensitizada” | |
| | 500h | “Oxidada” | |
| AC | 360h | “Sensitizada” | |
| | 500h | “Oxidada” | |

Fuente: Elaboración propia.

5.2 CARACTERIZACIÓN DE MATERIAS PRIMAS.

En el curso de esta investigación se emplearon polvos de acero inoxidable austenítico 316 prealeados de diferentes tamaños de partícula con el fin de obtener una matriz metálica; adicional a esto se emplea polvos de Titanio con un tamaño de partícula definido como se indica a continuación:

- Polvos de acero AISI 316: Tamaño de partícula 150µm atomizados en agua, fabricados por: Good Fellow.
- Polvos de acero AISI 316: Tamaño de partícula 45µm atomizados en agua, fabricados por: Good Fellow.
- Polvos de titanio: tamaño de partícula 45 µm, fabricados por: Sigma Aldrich.
- Lubricante: Estearato de Zinc.

Figura 13: Materias primas, a) Polvos de acero AISI 316 45 µm, b) Polvos de acero AISI 316 150 µm, c) Polvos de titanio 45 µm, d) Estearato de zinc.



Fuente: Elaboración propia

Teniendo en cuenta lo anterior estos polvos fueron sometidos a diferentes ensayos con el fin de obtener las siguientes características:

5.2.1 Composición química.

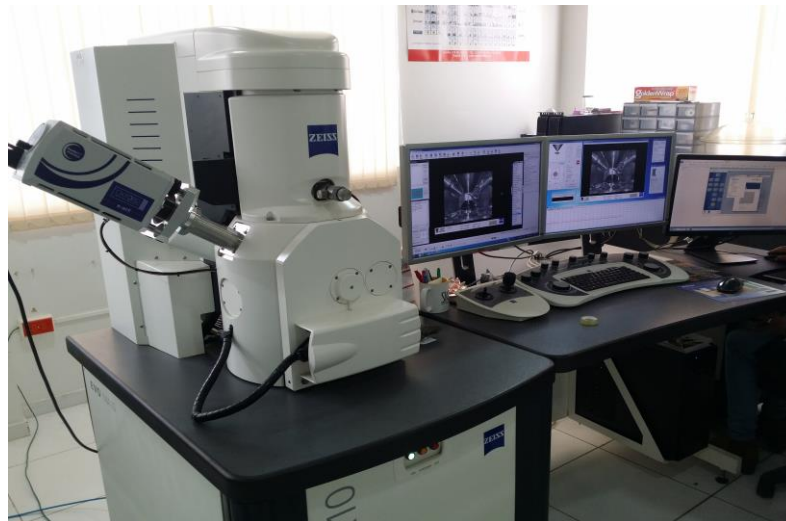
Esta es obtenida por medio de la ficha técnica del fabricante de los polvos para cada uno de los casos ya mencionados.

5.2.2 Morfología.

La morfología de los granos metálicos que se tienen fue obtenida a través del microscopio electrónico de barrido con referencia ZEISS EV0-MA10 el cual empleo un detector de electrones secundarios "SE1". Proceso en el cual se obtuvieron una serie de imágenes a diferentes aumentos para las materias primas en polvo, como también para las muestras compactadas de acero 316 con adición de titanio y sin adición.

En la figura 14 se ilustra el equipo.

Figura 14: Microscopio electrónico de barrido



Fuente: Elaboración propia.

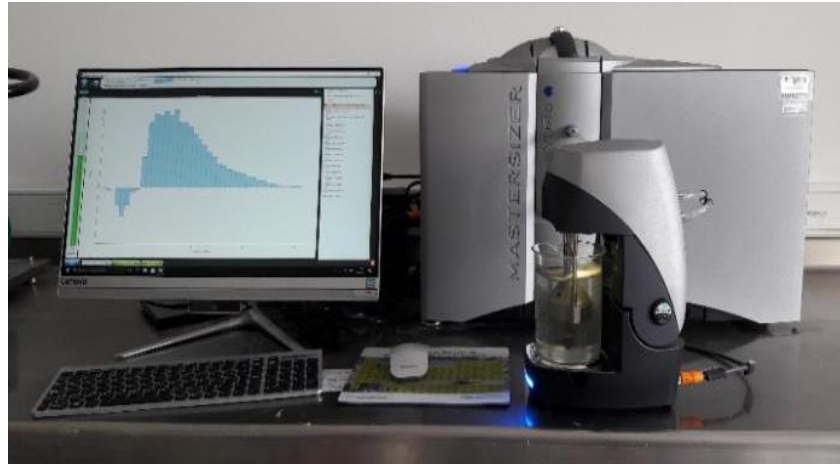
5.2.3 Distribución granulométrica.

Este ensayo consiste en tomar una muestra de 1g en polvo de las materias primas (PM) de 150 μm y 45 μm junto con los polvos de Ti de 45 μm y llevarlos a un vaso de precipitados en agua para ser agitados por medio de una turbina y luego recirculados al equipo MASTERSIZER 3000 el cual se encarga por medio de

difracción laser de determinar el tamaño de partícula. Este proceso está basado en la norma ASTM B822⁴².

En la figura 15 se puede observar el equipo:

Figura 15: Equipo para analizar el tamaño de partícula



Fuente: Elaboración propia.

5.3 MEZCLA DE POLVOS Y COMPACTACIÓN

5.3.1 Mezcla de polvos

Teniendo caracterizadas las materias primas por los diferentes ensayos, se establece una masa de 2 gramos para las muestras de acero 316.

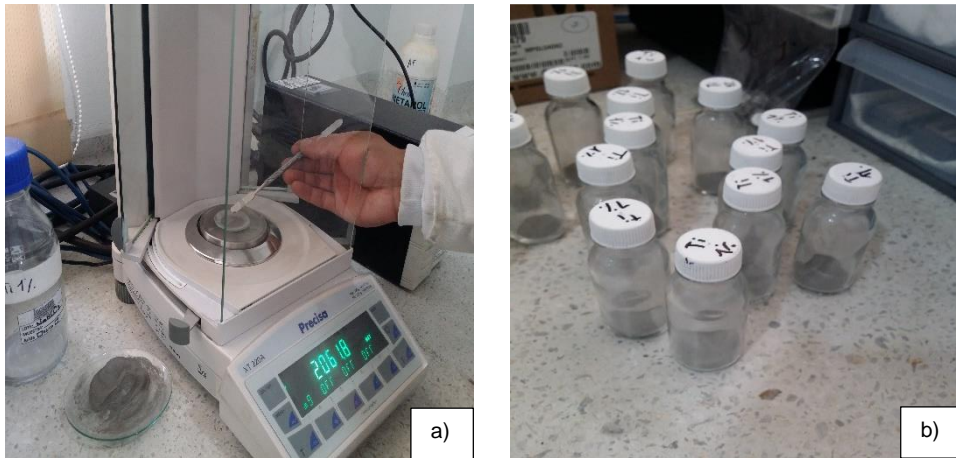
Siendo así, se realizó la mezcla de los polvos, teniendo en cuenta que la matriz del material es de Acero 316 con un tamaño de partícula de 150 μm y 45 μm , en proporciones de 65% y 35%, respectivamente⁴³. Adicional a esto se emplearon los polvos de titanio en cantidad del 1% en masa respecto a los 2 gramos totales de la probeta a fabricar, junto con el lubricante estearato de zinc, que también posee una cantidad de 1%.

La mezcla de estos polvos se lleva a cabo durante un tiempo de 1 hora de manera manual tipo turbula, para luego ser pesados con la ayuda de una balanza analítica Precisa XT 220A (con sensibilidad de 0,0001g), y separados en tarros de almacenamiento de vidrio; en la figura 16 se evidencia lo anterior:

⁴² ASTM B822-02, Standard Test Method for Particle Size Distribution of Metal Powders and Related Compounds by Light Scattering, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2002. Obtenido de: www.astm.org

⁴³ RODRÍGUEZ, A. Obtención de una aleación de acero AISI 316 de baja porosidad por pulvimetalurgia convencional, Tesis de Pregrado. Tunja: Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia, 2017. 90 p.

Figura 16: Peso y almacenamiento de polvos:



Fuente: Elaboración propia

En la figura 16 a) se puede observar los polvos de acero AISI 316 pulvimetalúrgico con adición de titanio 1% ya mezclados y siendo pesados con la cantidad de masa estipulada teniendo en cuenta que se agregó alrededor de 50-60 mg como exceso con el fin de tener en cuenta pérdidas por su manipulación en el embalaje de vidrio; estos elementos de vidrio se pueden observar en la figura 14 b). Para la probeta del acero PM se realizó el mismo procedimiento sin tener en cuenta la adición de titanio.

5.3.2 Compactación de polvos.

Para la compactación de las probetas en verde se emplea una matriz fabricada a partir de un acero inconel especialmente utilizado en brocas de perforación de pozo, este material es trabajado metalmecánicamente dando la forma cilíndrica deseada para el acabado final de la probeta.

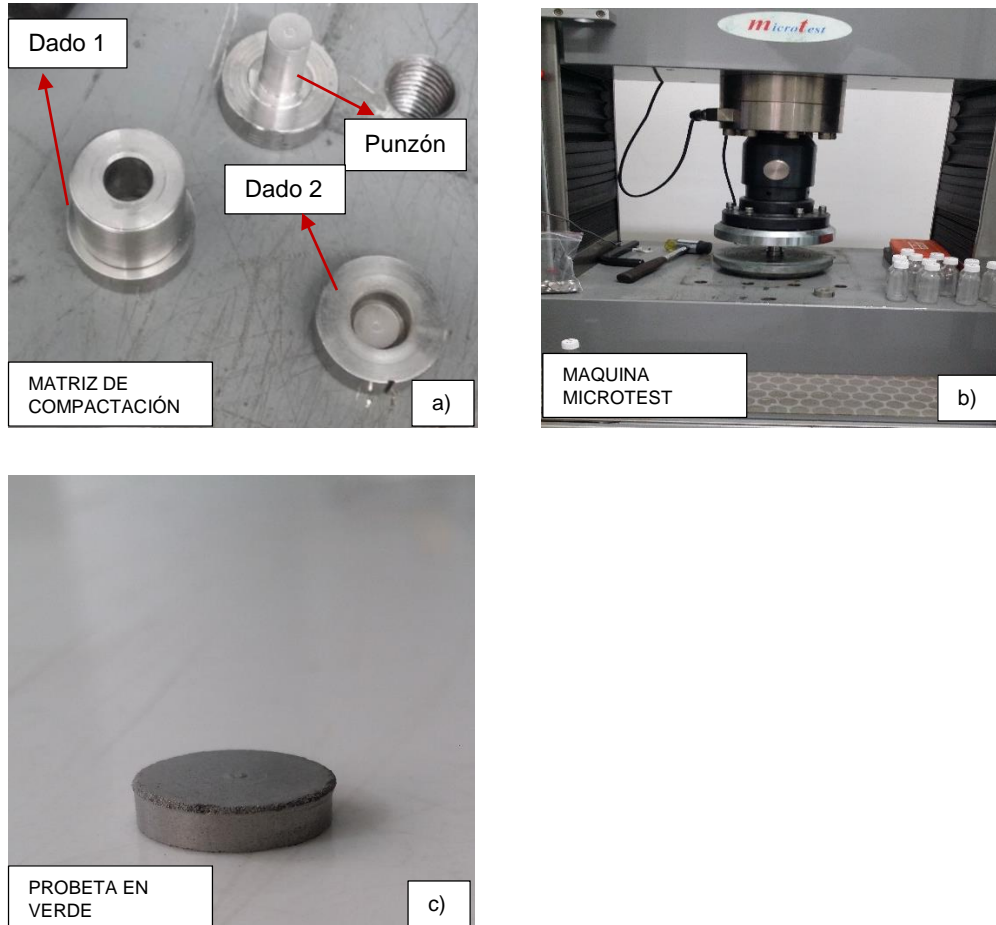
Por otro lado, se emplea la máquina de ensayos electromecánica Universal de 200 kN, ésta posee un sistema de dos columnas, adecuado para realizar ensayos cíclicos elásticos (de tracción, compresión, flexión/flexión, cizallamiento, fricción, desgarramiento, entre otras).

Finalmente se emplea una presión de compactación de 800 MPa la cual equivale a 62,81 kN⁴⁴.

Todo lo anterior se evidencia en la figura 17.

⁴⁴ PÉREZ VELÁSQUEZ, Sandra. Tesis doctoral: Evaluación de la resistencia al desgaste y a la corrosión de un MMC sinterizado por plasma. Colombia: Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia, 2015.

Figura 17: a) Matriz, b) Maquina y c) Probeta en verde



Fuente: Elaboración propia.

En la figura 17 a) se puede evidenciar la matriz que se emplea para verter los polvos de acero AISI 316 PM y PM+Ti, la cual cuenta con dos dados, el dado 1 su función es no dejar escapar los polvos a la hora de compactar y el dado 2 se emplea para recibir la probeta compactada por medio del punzón y la máquina.

En la figura 17 b) Observamos la maquina universal de ensayos aplicando la carga sobre la matriz de compactación.

En la figura 17 c) podemos apreciar la forma final acabada para las probetas en verde, tanto del PM como del PM+Ti.

5.3.3 Ensayos para las probetas en verde.

Como fue estipulado en la (Tabla 1), las probetas en verde fueron sometidas a una serie de ensayos para caracterizarlas. A continuación, se evidencia cada uno de ellos:

5.3.3.1 Morfología.

Este proceso se efectúa como se especificó en el numeral 5.2.2, empleando la probeta en verde de los dos tipos de aceros (PM, PM+Ti).

5.3.3.2 Densidad.

Este procedimiento se llevó a cabo bajo la norma ASTM B962-15⁴⁵. Teniendo en cuenta el procedimiento, con la ayuda de la balanza analítica, una plancha de calentamiento, vaso de precipitados, termómetro y aceite parafinado de viscosidad de 20 a 65 cSt; se pesó en el aire la muestra para luego proceder a calentar el aceite parafinado a una temperatura de 82°C (± 5°C) durante cuatro horas, seguido de ello teniendo el aceite a esta temperatura se sumerge el número de probetas estipulado en la tabla 1.

Pasadas las cuatro horas, se empleó otro vaso de precipitados con el mismo aceite parafinado, pero a temperatura ambiente y se ingresan las probetas que estaban a 82°C para así dejarlas enfriar durante treinta minutos, después de esto se retiran las probetas en una toalla absorbente removiendo el exceso del aceite parafinado teniendo cuidado de no secar el aceite absorbido por la probeta. Finalmente se pesa la probeta en agua desionizada y con los datos obtenidos se llevan a realizar los cálculos por la siguiente ecuación 3⁴⁶

$$D = \frac{A \rho_w}{B - F} \quad (6)$$

Donde:

A= Masa de la pieza en aire

B= masa pieza impregnada

F= Masa pieza en agua

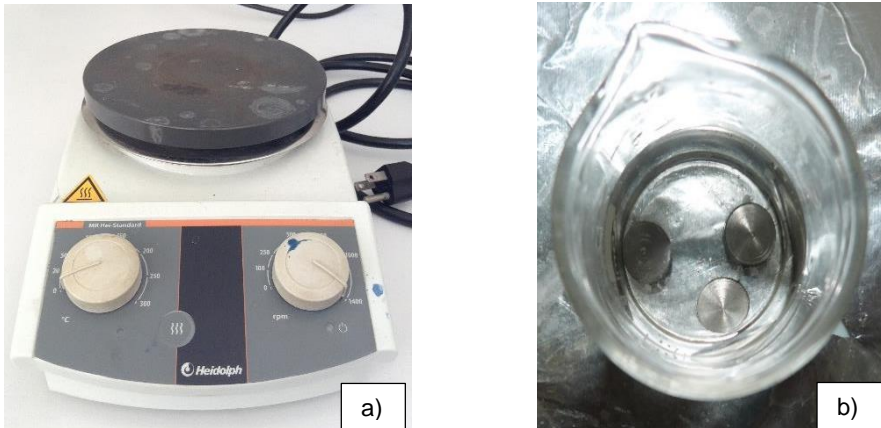
ρ_w =Densidad del agua (g/cm³)

Lo anterior se puede observar en la figura 18

⁴⁵ ASTM. Standard Test Methods for density of compacted or sintered Powder Metallurgy (PM) products using Archimedes' Principle. B962-15. ASTM International. Estados Unidos.

⁴⁶ Ibíd., p. 4

Figura 18: Procedimiento para toma de densidad en verde.



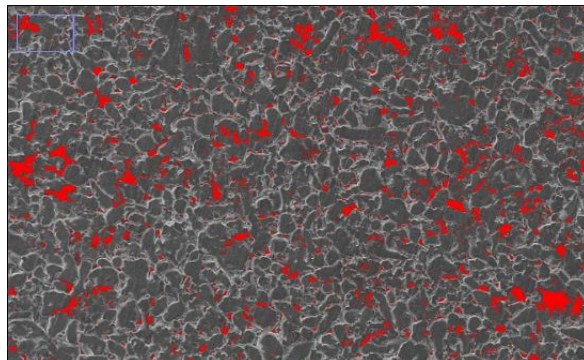
Fuente: Elaboración propia

En la figura 18 a) se puede observar la plancha de calentamiento, esta tiene como característica que controla la temperatura hasta 150°C; en la figura 18 b) se evidencia las tres probetas en verde sumergidas en el aceite parafinado.

5.3.3.3 Porosidad.

Para el análisis de porosidad de las probetas en verde, nos debemos remitir al ensayo descrito en el numeral 5.3.3.1 morfología para probetas en verde, en donde se analiza en el (MEB) la probeta y se obtiene una serie de imágenes por el equipo. Una vez obtenidos estos archivos se procede a emplear el software denominado “ImageJ Fiji” versión 1.51n⁴⁷, este se dedica analizar los archivos, generando así una vista de poros con un escaneo de la imagen por medio de diferencia de contraste, allí se ajusta de tal forma como se evidencia en la figura 19. Lo anterior se aprecia en la figura 19.

Figura 19: Análisis de porosidad por medio del software Fiji.



Fuente: Elaboración propia.

⁴⁷ FIJI. Software Fiji (Fiji is Just ImageJ). Obtenido de: <https://fiji.sc>

En la figura 19 se puede observar una imagen de una probeta en verde (PM), el software tiene como resultado un porcentaje promedio de porosidad presente en el archivo analizado.

Este procedimiento se lleva a cabo con las probetas (PM) y (PM+Ti) en verde.

5.3.3.4 Ensayo de termogravimetría (TGA)

El Análisis por Termo Gravimetría (Thermo Gravimetric Analysis TGA) es la técnica en que se mide el porcentaje de ganancia o pérdida de peso de una muestra frente al tiempo o a la temperatura mientras se somete a un programa de temperatura controlado en una atmósfera específica. La atmósfera puede ser estática o dinámica con un caudal determinado (también se emplean condiciones de presión reducida) y los gases más habituales son N₂, aire, Ar, CO₂. También se usan H₂, Cl₂, o SO₂⁴⁸. Para este ensayo se sometió una muestra compactada de las probetas en verde con una masa de 50 mg, manteniendo una atmósfera controlada de N₂ con un caudal constante. El ensayo tuvo una duración de 4 horas en donde el equipo simula el proceso de sinterización; en este caso se utilizó el equipo con referencia “SDT Q600” de la marca TA Instruments THERMAL ANALYSIS⁴⁹. Cabe destacar que el anterior ensayo se realizó de manera complementaria con el fin de evidenciar lo sucedido en el proceso de sinterización.

En la figura 20 se evidencia el equipo empleado:

Figura 20: Equipo para análisis termogravimétrico SDT Q600



Fuente: Elaboración propia.

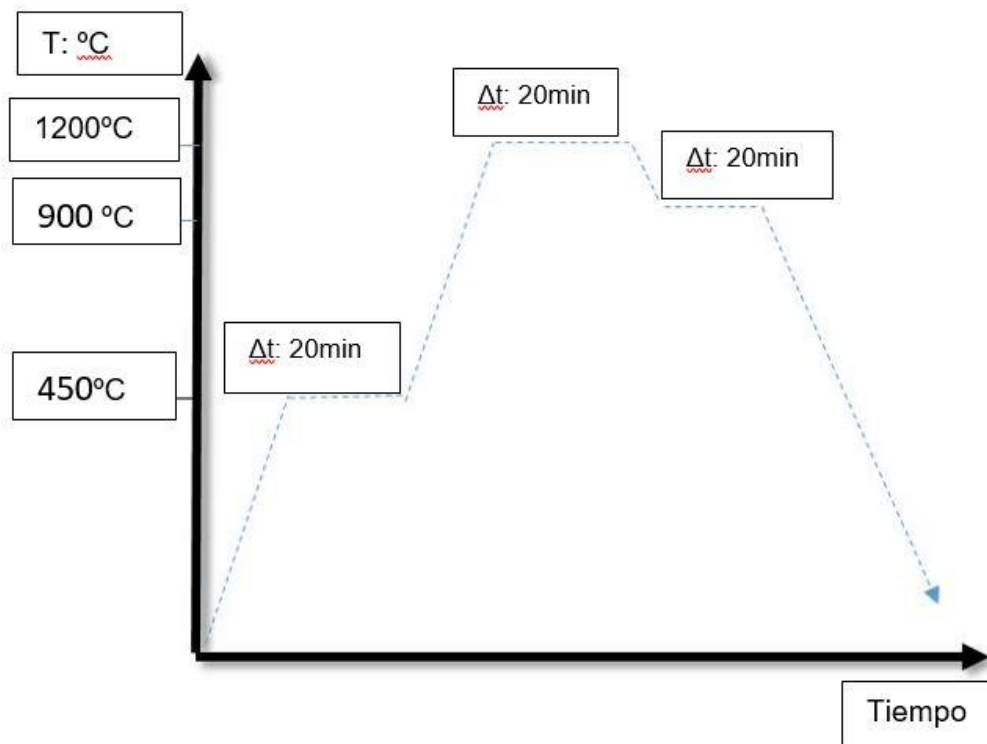
⁴⁸ Granados Cristancho, Yenny, Importancia De Los Ensayos TGA y DSC en el Estudio de las Propiedades Térmicas de Mezclas Asfálticas, prerrequisito pregrado, Bogotá: Universidad Distrital Francisco José De Caldas, 2015 p,17.

⁴⁹SDT Q600 TA Instruments THERMAL ANALISYS, obtenido de: <http://www.tainstruments.com>

5.4 SINTERIZACIÓN.

En esta etapa, se someten las probetas en verde de los aceros pulvimetalúrgicos (PM) y (PM+Ti), a una temperatura de 1200°C con el fin de realizar la fusión incipiente entre los granos metálicos y realizar un tratamiento térmico de temple a 900°C para obtener una microestructura austenítica, facilitando la formación de elementos afines con el Titanio (Ti), para el caso de la probeta (PM+Ti). Este proceso se evidencia con sus variables en la figura 21:

Figura 21: Rampa de calentamiento para sinterización



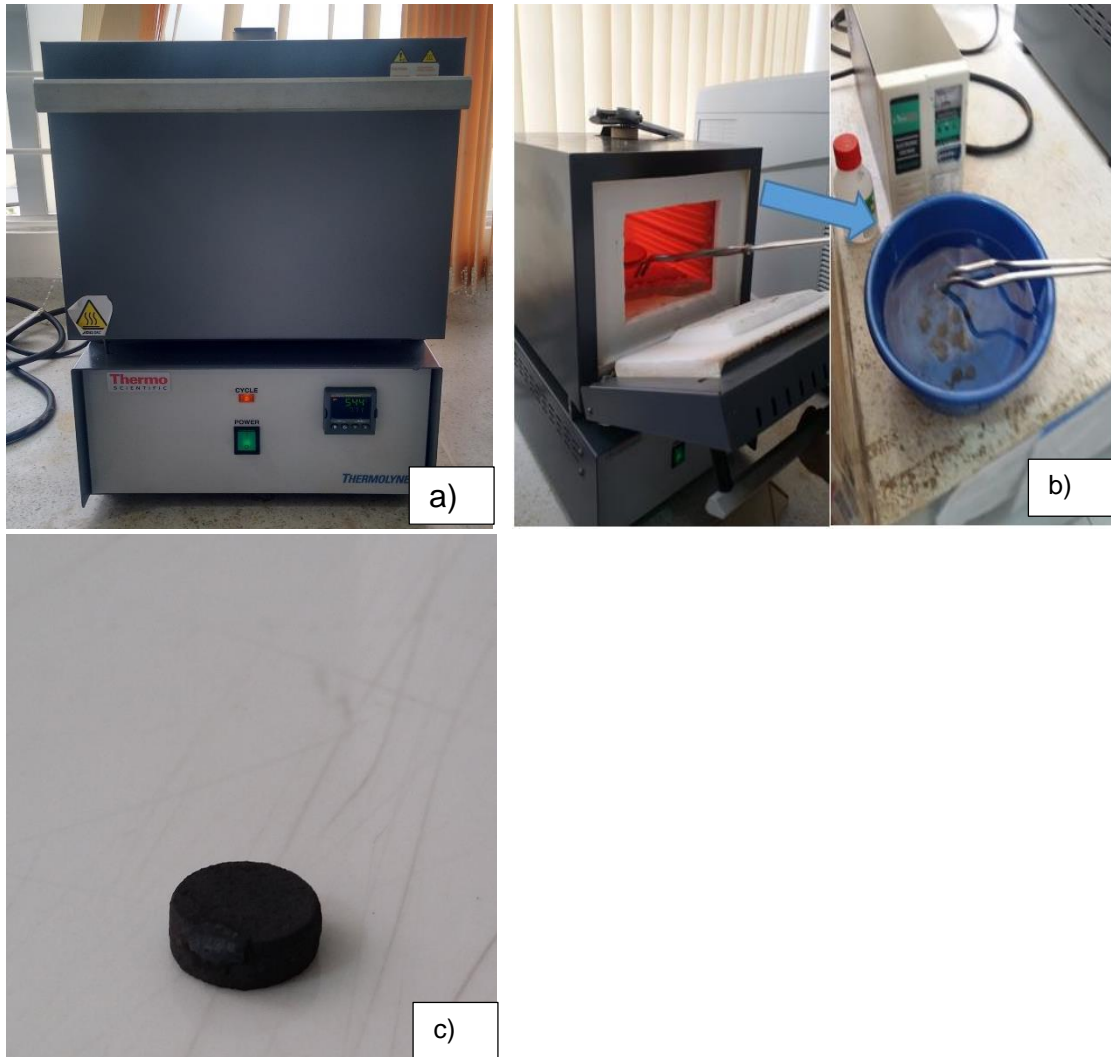
Fuente: Elaboración propia

En la figura 21 se observa una rampa de calentamiento en donde se mantiene la temperatura a 450°C con el fin de eliminar el lubricante adicionado (estearato de Zinc), enseguida se retoma el proceso y se lleva a una temperatura de 1200°C donde ocurre el proceso de sinterización dándose la fusión incipiente de los granos para formar el acero pulvimetalúrgico, pasados 20 minutos de sostenimiento se procede a reducir la temperatura llegando a 900°C con el fin de obtener la

microestructura austenítica, finalizando con un temple en agua. Este proceso se lleva a cabo con una atmosfera controlada de nitrógeno⁵⁰.

Este proceso se llevó a cabo en un horno tipo mufla de resistencias con gas de nitrógeno; lo anterior se observa en la figura 22:

Figura 22: Proceso de sinterización: a) horno tipo mufla, b) tratamiento de temple, c) acabado final probeta sinterizada.



Fuente: Elaboración propia.

A continuación, se procede a realizar la caracterización de las probetas sinterizadas (PM) y (PM+Ti) junto con el (AC).

⁵⁰ PÉREZ VELÁSQUEZ, Sandra. Tesis doctoral: Evaluación de la resistencia al desgaste y a la corrosión de un MMC sinterizado por plasma. Colombia: Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia, 2015.

5.5 CARACTERIZACIÓN DE PROBETAS SINTERIZADAS Y ACERO316 COMERCIAL.

Para caracterizar las probetas sinterizadas y el (AC) se sometieron a ensayos de: porosidad, microestructura, densidad y microdureza.

5.5.1 Porosidad.

Este proceso se determina como se menciona en el numeral 5.3.3.3, con la ayuda del microscopio electrónico de barrido (MEB); véase figura 19.

5.5.2 Densidad.

El método de densidad se lleva a cabo como se especifica en el numeral 5.3.3.2 bajo la norma ASTM B962-15; véase figura 18.

5.5.3 Microestructura.

Este proceso está especificado en la norma ASTM E3-01⁵¹, en donde se emplea una pulidora automática con una serie de lijas de diferentes numeraciones o granulometrías; las probetas son sometidas inicialmente a una lija con una rugosidad alta, de tal manera que se genere una superficie plana en la probeta cuidadosamente, luego de determinar que el desgaste por la lija gruesa es finalizado se emplea una lija más fina hasta tener un acabado superficial casi de brillo metálico para poder someter la probeta a un paño especial junto con pasta de diamante como abrasivo y llegar al brillo espejo de la misma.

En la figura 23 se observa la pulidora automática y una probeta siendo sometida en su etapa final de brillo espejo:

Figura 23 Proceso de preparación metalográfica.

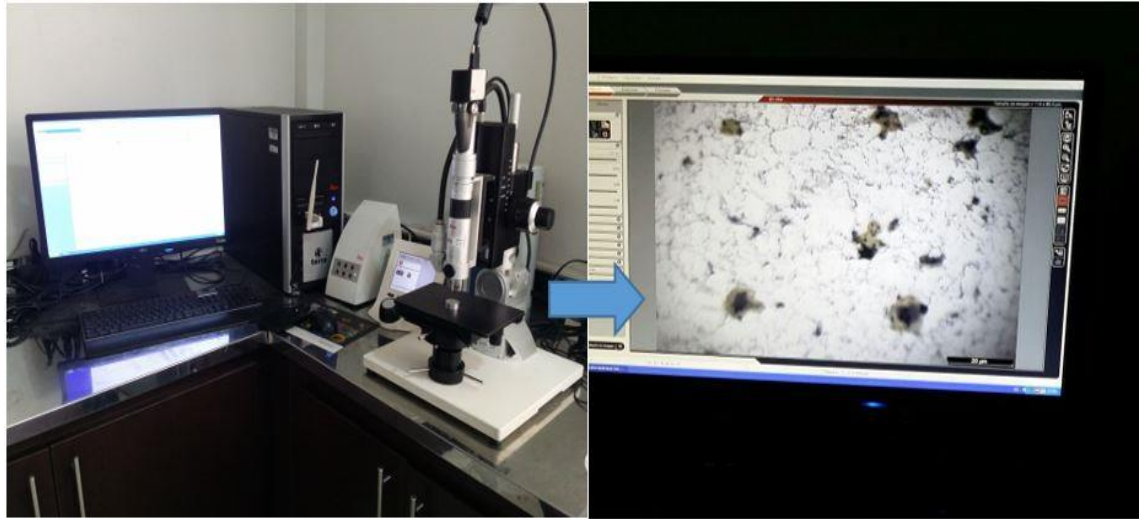


Fuente: Elaboración propia.

⁵¹ ASTM E3-01, Standard Practice for Preparation of Metallographic Specimens, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2001. Obtenido de: www.astm.org

Una vez finalizado el proceso de preparación metalográfica, se acata la probeta por medio de “agua regia” ácido nítrico más ácido clorhídrico ($\text{HNO}_3 / \text{HCl}$) para revelar su microestructura y así poder visualizarla a través del microscopio LEICA DVM 2500⁵². En la figura 24 se puede observar el microscopio y una fotografía tomada de la microestructura de una probeta sinterizada:

Figura 24: Proceso de toma de microestructura probeta sinterizada.



Fuente: Elaboración propia.

5.5.4 Microdureza.

Este proceso se realizó a las probetas sinterizadas y al acero inoxidable comercial por medio del microdurómetro de marca QUALITEST fabricado por ADVANCED INSTRUMENTS LTDA⁵³.

Se llevó a cabo una preparación metalográfica de la probeta a ensayar para poder tener la visión completa de la indentación por parte del equipo y así obtener un dato confiable. El proceso se realiza en tres zonas diferentes y se hace un promedio del dato. Cabe destacar que este ensayo se realizó de manera complementaria.

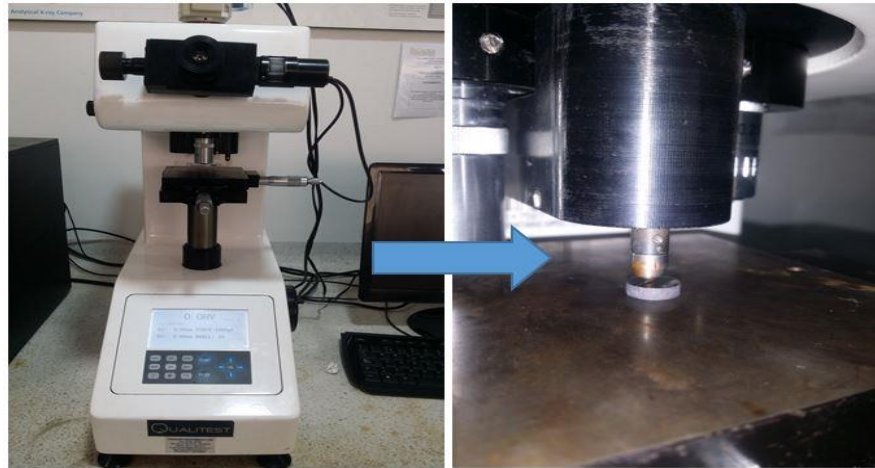
Lo anterior está contemplado en la norma ASTM E384⁵⁴ En la figura 25 se observa el proceso para la toma de microdureza junto con el equipo empleado:

⁵² Leica Microsystems. Microscopio digital universal flexible Leica DVM2500. Obtenido de: www.leica-microsystems.com

⁵³ QUALITEST ADVANCED INSTRUMENTS LTDA Obtenido de: <http://advanced-instruments-lda>

⁵⁴ ASTM E384 – 17 Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials obtenido de: www.astm.org

Figura 25: Proceso de toma de microdureza.



Fuente: Elaboración propia.

5.6 DETERMINACIÓN DE LA RESISTENCIA AL DESGASTE.

5.6.1 Resistencia al desgaste.

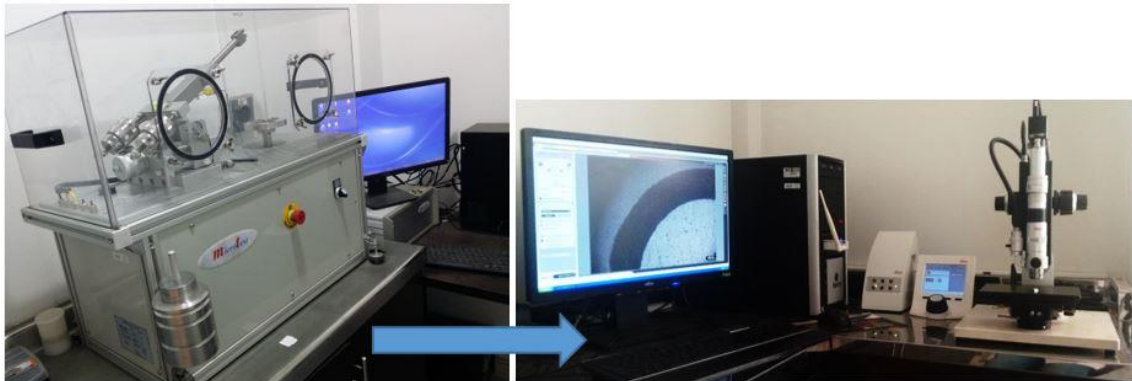
Para determinar la resistencia al desgaste de las probetas se realizó por medio del Tribómetro (Pin on disk) de marca Microtest Serie MT/60/Ni, cumpliendo lo establecido en la norma ASTM G99⁵⁵, el proceso debe tener una preparación de muestra previo, ya que lo que se determino es un coeficiente de fricción y si la superficie se encuentra con rugosidades grandes el valor no será confiable por ende se prepara la probeta por medio de desbaste con lijas y teniendo cuidado de no alterar significativamente el área a ensayar, teniendo esto se procede a tomar un peso inicial de la probeta y así llevarlo al tribómetro.

Este equipo cuenta con un método de sujeción por pines ajustados con tornillos sobre un disco giratorio; para este caso se emplea como contrapieza un pin de alúmina de 4mm de diámetro al cual se le agrega una carga de 3N con una velocidad de giro de 320 RPM y una distancia de recorrido de 300 m.

Una vez terminado el ensayo se pesa la muestra de nuevo con el fin de determinar la cantidad de masa perdida; seguido de esto se analiza el perfil topográfico de la huella por medio del microscopio LEICA DVM 2500 empleando el lente VZ 100; en la figura 26 se observa el tribómetro y el microscopio:

⁵⁵ ASTM G99-95, Standard Test Method for Wear Testing with a Pin-on-Disk Apparatus, ASTM International, West Conshohocken, PA, 1995. Obtenido de: www.astm.org

Figura 26: Tribómetro Microtest Serie MT/60/NI, microscopio y LEICA DVM 2500



Fuente: Elaboración propia.

5.7 DETERMINACIÓN DE RESISTENCIA A LA CORROSIÓN.

Para poder determinar la resistencia a la corrosión de las probetas, se emplean dos métodos, electroquímico y gravimétrico.

5.7.1 Resistencia a la corrosión método electroquímico.

Para determinar la resistencia a la corrosión por el método electroquímico se debe realizar una preparación de la superficie de la probeta por medio de lijas eliminando los productos de corrosión sin llegar a deteriorar el metal base; esto con la finalidad de no tener distorsiones en la lectura por parte del software en el montaje del ensayo; todo esto se realizó bajo la norma ASTM G1-03⁵⁶.

Realizando la preparación inicial de la probeta, se comienza con el ensayo electroquímico bajo la norma ASTM G59-97⁵⁷, en donde se cuenta con una celda para el montaje de la probeta; en donde se tienen tres elementos fundamentales para la celda, un electrodo de referencia de plata cloruro de plata (Ag-AgCl), un contra electrodo de platino (Pt), finalmente el electrolito o medio ácido H_2SO_4 1N + 250ppm NaCl.

Con ayuda del software GAMRY se realiza las tres graficas de este proceso, potencial de corrosión, resistencia a la polarización lineal (LPR) y curva de polarización potenciodinámica (Tafel).

Este ensayo se realiza para cada una de las probetas sinterizadas (PM), (PM+Ti) y (AC). Lo anterior se evidencia en la figura 27:

⁵⁶ ASTM G1-03, Standard Practice for Preparing, Cleaning, and Evaluating Corrosion Test Specimens, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2003, Obtenido de : www.astm.org.

⁵⁷ ASTM. Standard reference test method for making potentiostatic and potentiodynamic anodic polarization measurements. ASTM International, 2002.

Figura 27: Montaje de celda electroquímica.



Fuente: Elaboración propia.

5.7.2 Resistencia a la corrosión por gravimetría.

Para determinar la corrosión por el método de gravimetría o pérdida de masa se emplean las tres probetas (PM), (PM+Ti) y (AC), en donde se realiza un peso inicial de la probeta, unas tomas de área expuesta y finalmente se sumergen en un medio ácido H_2SO_4 1N + 250ppm NaCl. Estas probetas se dejan expuestas por un periodo de 360 horas o 15 días; para luego de ello tomar de nuevo el peso final de las probetas con el propósito de hallar la pérdida de masa y la velocidad de corrosión, lo anterior se encuentra bajo la norma ASTM G31-72⁵⁸. En la figura 28 se observa el montaje del ensayo:

Figura 28: Montaje de ensayo gravimetría.



Fuente: Elaboración propia.

Adicionalmente; una vez terminada la toma de datos para las probetas se dispone de los electrolitos los cuales fueron sometidos a un ensayo de Fluorescencia de rayos X con el fin de determinar la composición química de las especies disuelta en el medio ácido.

⁵⁸ ASTM G31-72(2004), Standard Practice for Laboratory Immersion Corrosion Testing of Metals, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2004. Obtenido de: www.astm.org

5.8 ENSAYOS DE OXIDACIÓN A ALTAS TEMPERATURAS.

Este ensayo consiste en someter a altas temperaturas en un horno tipo mufla, las probetas (PM), (PM+Ti) y (AC) por un tiempo de 500 horas a tres temperaturas diferentes 400°C, 625°C y 850°C. Cabe resaltar que cuando un acero inoxidable se enfría o calienta lentamente, en el intervalo de temperaturas de 400 a 900 °C, carburos de la forma $M_{23}C_6$ (donde M por lo regular es cromo), se precipitan hacia los límites de grano por ser éstas zonas de relativa alta energía, provocando como consecuencia, la disminución en la energía libre de la aleación. Durante la formación de los carburos, las zonas cercanas a los límites de grano quedan empobrecidas de Cr (menor a un 12%) y, en un ambiente corrosivo, empieza a producirse algún tipo de ataque localizado y, consecuentemente, se tiene un acero inoxidable sensitizado⁵⁹. Por ende, en un tiempo de exposición de cada temperatura no superior a 360 horas se retira 3 muestras de cada probeta con el fin de ser sometidos a una caracterización de: resistencia a la corrosión por el método electroquímico, medición de espesor de capa de óxido mediante microscopio electrónico de barrido empleando el detector de electrones retrodispersado, y toma de microdureza; los nombres para estas muestras fueron denominadas “Sensitizada 360 horas”. De igual forma al finalizar el tiempo de exposición de cada temperatura se retiran las ultimas 3 muestras de cada probeta para ser sometidas a la misma caracterización; estas serán llamadas “Oxidadas 500 horas”. Cabe resaltar que durante el tiempo de exposición se realiza una toma de pesos con el fin de determinar si existe ganancia de masa o por el contrario perdida de la misma, lo anterior se hace para las tres temperaturas. En la figura 29 se observa el horno tipo mufla empleado y las probetas empleadas.

Figura 29: Montaje de ensayo de oxidación a altas temperaturas.



Fuente: Elaboración propia

⁵⁹ ASM international. Metals Handbook, vol 1. Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance Alloys, 10th Edition, ASM international. Ohio, U.S.A. 1990.

6. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

6.1 CARACTERIZACIÓN DE MATERIAS PRIMAS.

6.1.1 Composición química.

La composición química es de vital importancia en el proceso, con ella tendremos certeza del porcentaje de cada elemento presente. El contenido de cada elemento es proporcionado para el caso del (PM) de 150 μm y 45 μm por la empresa Good Fellow y Sigma Aldrich para el caso de los polvos de Titanio.

6.1.1.1 Composición química Acero 316 150 μm y 45 μm .

En la tabla 4 se evidencia la composición química de los polvos de acero 316 de 150 μm y 45 μm , la cual tiene un análisis típico en (ppm) para el caso del elemento carbono (C):

Tabla 4 : Composición química de polvos de acero 316 de 150 μm y 45 μm .

| C(ppm) | Cr % | Mn % | Ni % | Mo % | Fe % |
|--------|---------|------|------|---------|------------|
| <300 | 16,5-20 | <2 | 8-14 | 2,5-3,5 | Equilibrio |

Fuente: <http://www.goodfellow.com/catalogue/GFCat41>.

6.1.1.2 Polvos de Titanio 45 μm .

Estos polvos son característicos por tener una pureza de titanio del 99,98% según el fabricante Sigma Aldrich⁶⁰, el resto es base de metales traza con un tamaño de partícula menor a 45 μm , finalmente presenta un color gris.

En la figura 30 se evidencia la ficha técnica de los polvos de Titanio por parte del fabricante:

Figura 30: Ficha técnica polvos de Titanio.

SIGMA-ALDRICH®

3050 Spruce Street, Saint Louis, MO 63103, USA

Website: www.sigmaaldrich.com

Email USA: techserv@sigmaaldrich.com

Outside USA: eurtechserv@sigmaaldrich.com

Product Name:
Titanium – powder, <45 µm avg. part. size, 99.98% trace metals basis

Product Number:
CAS Number:
MDL:
Formula:
Formula Weight:

366994
7440-32-6
MFCD00011264
Ti
47.87 g/mol

Ti

| TEST | Specification |
|---------------------------------------|--------------------------|
| Appearance (Color) | Conforms to Requirements |
| Grey | |
| Appearance (Form) | Powder |
| Average Particle Size | ≥ 45 micron |
| ICP Major Analysis | Confirmed |
| Confirms Titanium Component | Meets Requirements |
| Purity | |
| 99.98% Based On Trace Metals Analysis | |
| Trace Metal Analysis | ≤ 250.0 ppm |
| Specification: PRD.1.ZQ5.10000033817 | |

Fuente: <https://www.sigmaaldrich.com>.

⁶⁰ <https://www.sigmaaldrich.com>.

6.1.1.3 Acero 316 comercial.

La composición química de la barra de acero comercial es determinada por medio del Espectrómetro de emisión óptica con fuente de chispa, la composición química se evidencia en la tabla 5:

Tabla 5: Composición química acero 316 comercial.

| C% | Si% | Mn% | Mo% | S% | Ti% | Cr% | Ni% | P% | Fe% |
|--------|-------|------|-------|--------|---------|-------|------|-------|-------|
| 0,0375 | 0,399 | 1,20 | 0,484 | 0,0289 | 0,00786 | 17,98 | 9,89 | 0,036 | 69,93 |

Fuente: Elaboración propia.

En la composición química de este acero es de total relevancia tener énfasis en la cantidad de Carbono presente, el contenido de este elemento define el tipo de acero que para este caso es un acero inoxidable austenítico. Dentro de los demás elementos de aleación encontramos el Níquel y el Cromo los cuales se presentan dentro de los rangos para un acero 316 como se evidencia en la literatura.

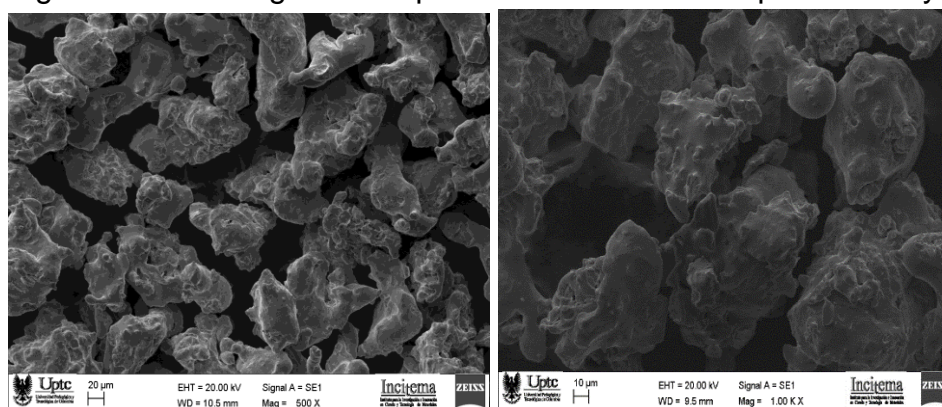
6.1.2 Morfología.

Según lo establecido en el diseño metodológico para este numeral se tomaron las imágenes obtenidas por el microscopio electrónico de barrido, para los polvos de acero (PM) de 150 μm y 45 μm y de igual forma para los polvos de Titanio de 45 μm , dando como resultados:

6.1.2.1 Polvos de acero 316

- Acero de 150 μm

Figura 31: Morfología de los polvos de acero de 150 μm a 500X y 1000X



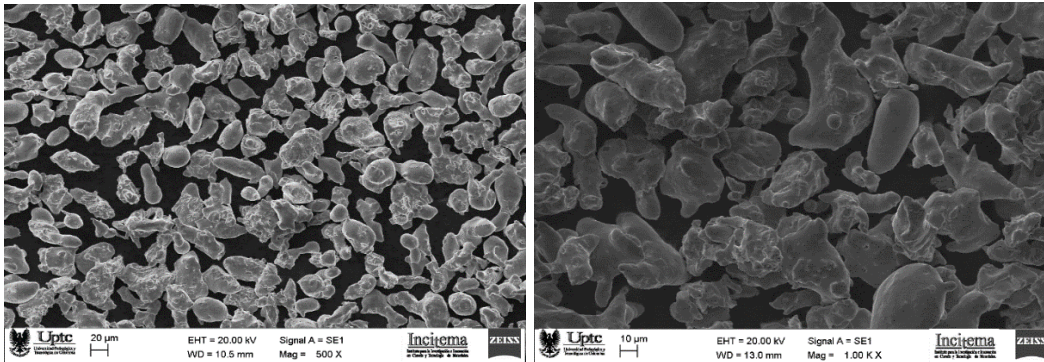
Fuente: Elaboración propia.

En la figura 31 se puede observar la forma de los polvos de acero 316 a 150 μm , los cuales presentan formas irregulares tal como lo indica el fabricante, con un

tamaño de partícula por debajo de las 150 μm . En este caso se evidencia las fotografías a 500X y 1000X.

- Acero 316 de 45 μm :

Figura 32: Morfología de los polvos de acero de 45 μm a 500X y 1000X



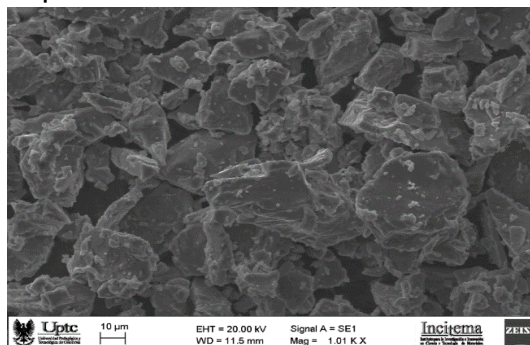
Fuente: Elaboración propia.

En la figura 32 se evidencia la morfología de los polvos de acero 316 a 45 μm , de igual forma presenta tamaños de partícula de 20 μm y 10 μm en 500X y 1000X respectivamente. Se establece que los polvos de acero 316 inicialmente presentan una forma irregular, lo cual permite establecer que el método de obtención de los polvos podría ser por atomización en agua; además de ello se evidencian la distribución uniforme de los granos y el tamaño de los mismos, evidentemente los granos de 150 μm son más grandes que los granos de 45 μm teniendo como resultado un empaquetamiento de las partículas de 45 μm dentro de los espacios que dejarían las partículas de 150 dejando así menos espacios libres dentro de la matriz.

6.1.2.2 Polvos de Titanio.

-Titanio de 45 μm .

Figura 33: Morfología de polvos de Titanio de 45 a 1000X.



Fuente: Elaboración propia.

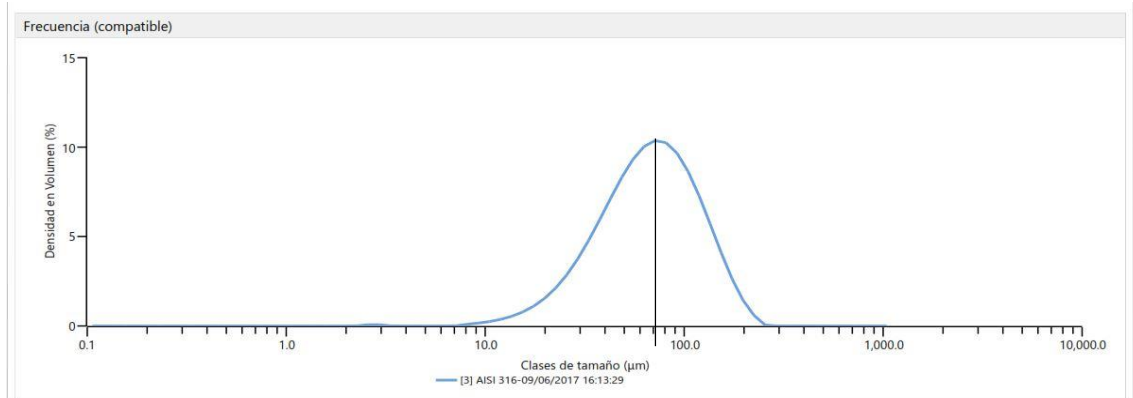
Según lo que se observa en la figura 33, la morfología de las partículas de Titanio es de forma irregular. Este material es obtenido por medio de trituración mecánica por medio de una esponja fabricada proveniente del proceso Kroll. Además de ello evidencia una distribución de partículas de tamaños variados en la zona analizada.

6.1.3 Distribución granulométrica.

La distribución granulométrica se hace con base al procedimiento especificado en el numeral 5.2.3 para caracterizar las materias primas del proyecto en donde se obtuvo una distribución de tamaño de partícula y para su análisis se basó en el histograma facilitado por el equipo⁶¹. A continuación, se presentan las gráficas para cada materia prima.

6.1.3.1 Acero 316 de 150 μm :

Gráfica 1: Distribución granulométrica acero 316 de 150 μm



Fuente: Elaboración propia.

Teniendo en cuenta el anterior histograma se puede analizar que la distribución tiene relación a una curva Gaussiana o normal, para su análisis trazamos una línea vertical en el punto medio de la curva en donde se evidenciara la media que define el diámetro medio del volumen de partícula medido. De lo anterior se analiza para el acero 316 de 150 μm que:

- El 10% de la distribución tiene un tamaño inferior de partícula de 29,4 μm
- El 50% de la distribución tiene un tamaño inferior de partícula de 67,5 μm
- El 90% de la distribución tiene un tamaño inferior de partícula de 134 μm
- El diámetro medio ponderado en superficie es de 52,5 μm
- El diámetro medio ponderado en volumen es de 75,4 μm

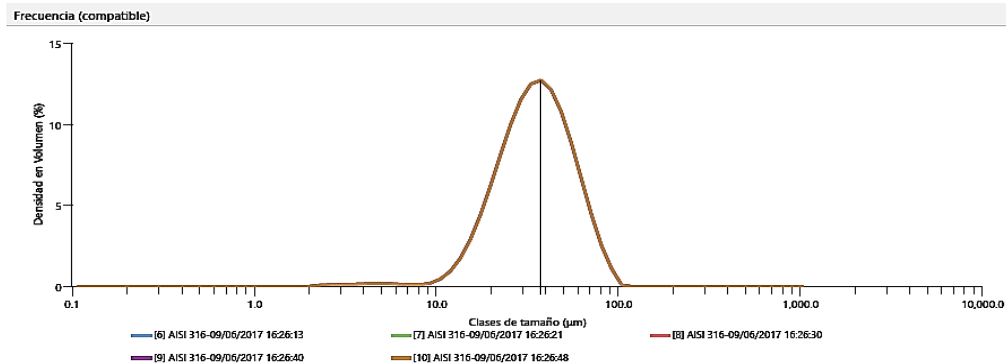
El análisis para las demás materias primas metálicas es similar.

⁶¹ RAWLE, Alan. Principios básicos del análisis de tamaño de partículas. Malvern Instruments Ltd. Inglaterra.

6.1.3.2 Acero 316 de 45 μm

En la gráfica 2 se puede observar la distribución para el acero 316 de 45 μm .

Gráfica 2: Distribución granulométrica Acero 316 de 45 μm .



Fuente: Elaboración propia.

De la anterior grafica para el acero 316 de 45 μm se puede analizar que:

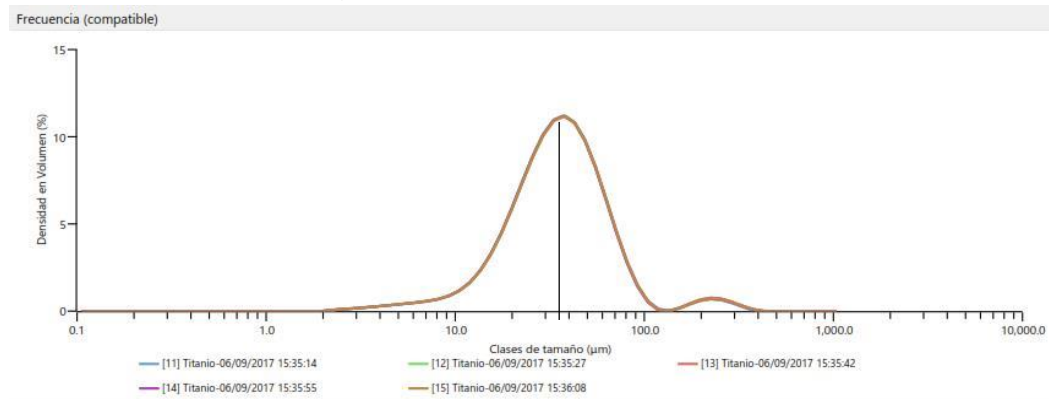
- El 10% de la distribución tiene un tamaño inferior de partícula de 18,6 μm
- El 50% de la distribución tiene un tamaño inferior de partícula de 26,5 μm
- El 90% de la distribución tiene un tamaño inferior de partícula de 44,3 μm
- El diámetro medio ponderado en superficie es de 28,9 μm
- El diámetro medio ponderado en volumen es de 37,7 μm

Al igual que la anterior grafica se puede observar una distribución uniforme respecto a su media, de lo que se deduce que existe una distribución de tamaño de partícula optimo y acorde a las especificaciones por el fabricante.

6.1.3.3 Titanio de 45 μm .

En la gráfica 3 se puede observar la distribución para el Titanio de 45 μm .

Gráfica 3: Distribución granulométrica para Titanio de 45 μm



Fuente: Elaboración propia.

En la gráfica 3 se puede apreciar una distribución de tipo bimodal, de igual forma se puede analizar que:

- El 10% de la distribución tiene un tamaño inferior de partícula de 15,4 μm
- El 50% de la distribución tiene un tamaño inferior de partícula de 36,4 μm
- El 90% de la distribución tiene un tamaño inferior de partícula de 50,2 μm
- El diámetro medio ponderado en superficie es de 26,7 μm
- El diámetro medio ponderado en volumen es de 44,3 μm

Como se evidencia el 90% de la distribución para el Titanio tiene un tamaño de partícula inferior de 50,2 μm lo cual está por encima del tamaño ofrecido por el fabricante de 45 μm , teniendo en cuenta que tiene una pureza del 99,98% y que el resto son trazas de metal, resulta aceptable el tamaño de partícula, además de ello se observa la forma simétrica del histograma.

6.2 MEZCLA DE POLVOS Y COMPACTACIÓN

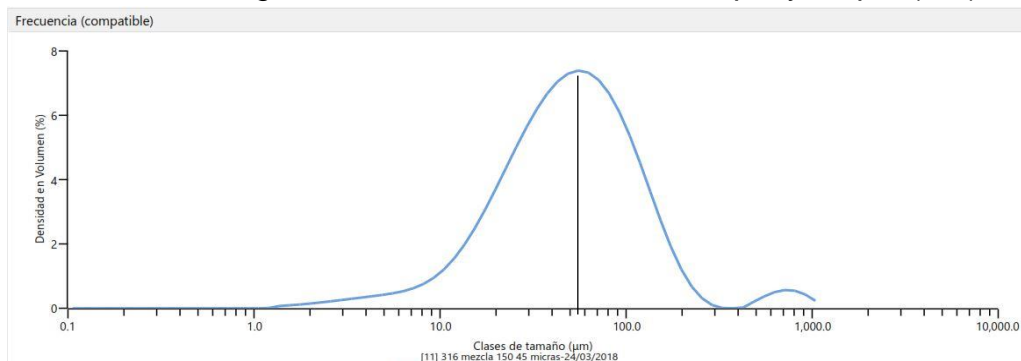
6.2.1 Mezcla de polvos.

En esta etapa se sometió la mezcla de los polvos de acero 316 de 150 μm y 45 μm , más Titanio de 45 μm al análisis granulométrico en el equipo MASTERSIZER 3000 al igual que las materias primas. Los resultados de lo anterior se exponen a continuación:

6.2.1.1 Acero 316 de 150 μm y 45 μm (PM).

En la gráfica 4 se puede se observa la distribución para la mezcla de acero 316.

Gráfica 4 Distribución granulométrica acero 316 de 150 μm y 45 μm (PM)



Fuente: Elaboración propia.

En la gráfica 4: se puede apreciar una distribución de tipo bimodal, de igual forma se puede analizar que:

- El 10% de la distribución tiene un tamaño inferior de partícula de 15,6 μm
- El 50% de la distribución tiene un tamaño inferior de partícula de 50 μm

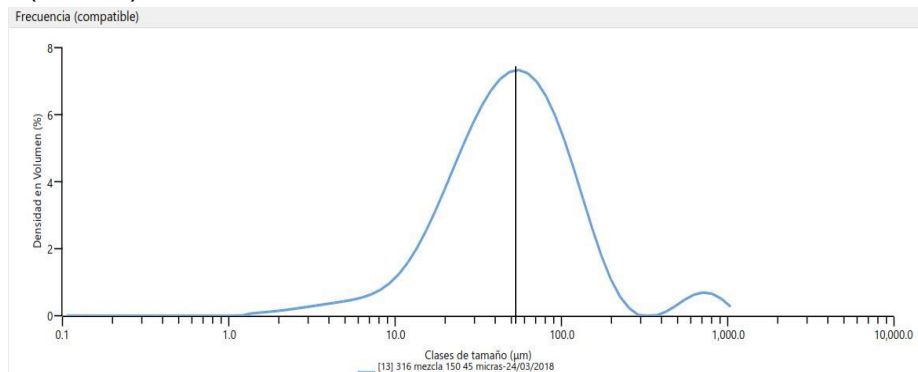
- El 90% de la distribución tiene un tamaño inferior de partícula de 133 μm
- El diámetro medio ponderado en superficie es de 29,1 μm
- El diámetro medio ponderado en volumen es de 76,5 μm

Esta distribución granulométrica corresponde a la mezcla de polvos metálicos de acero 316 de 150 μm y acero 316 de 45 μm abreviados como (PM), en donde se evidencia que en el 90% se obtienen tamaños inferiores de partícula 133 μm con un diámetro medio ponderado en volumen de 76,5 μm lo cual indica un breve aumento del tamaño de partícula frente al acero 316 de 150 μm solo.

6.2.1.2 Acero 316 de 150 μm y 45 μm , más Titanio de 45 μm (PM+Ti)

En la gráfica 5 se puede observar la distribución para la mezcla de acero más Titanio.

Gráfica 5: Distribución granulométrica acero 316 de 150 μm y 45 μm , más Titanio de 45 μm (PM+Ti).



Fuente: Elaboración propia.

En la gráfica 5 se puede apreciar una distribución de tipo bimodal, de igual forma se puede analizar que:

- El 10% de la distribución tiene un tamaño inferior de partícula de 15,4 μm
- El 50% de la distribución tiene un tamaño inferior de partícula de 49,3 μm
- El 90% de la distribución tiene un tamaño inferior de partícula de 134 μm
- El diámetro medio ponderado en superficie es de 28,7 μm
- El diámetro medio ponderado en volumen es de 79,2 μm

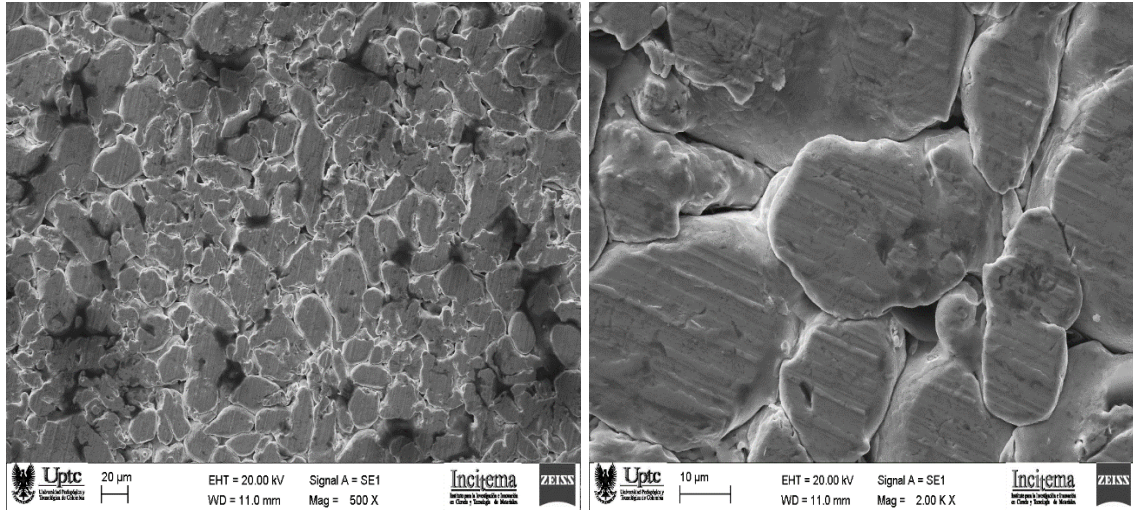
Esta distribución granulométrica corresponde a la mezcla de polvos metálicos de acero 316 de 150 μm y acero 316 de 45 μm , más la adición de Titanio de 45 μm abreviados como (PM+Ti), en la cual se puede observar un cambio en el diámetro medio en volumen que pasó de 76,5 μm a 79,2 μm indicando así un aumento en el tamaño de partícula según la distribución de la gráfica 4.

6.2.2 Compactación de polvos y ensayos para probetas en verde.

6.2.2.1 Morfología probeta en verde acero 316 de 150 μm y 45 μm (PM).

Después de obtener la probeta en verde por medio de la compactación de la maquina universal de ensayos descrito en los apartados 5.3.1 y 5.3.2, se evidencia la siguiente morfología:

Figura 34: Morfología probeta en verde acero 316 (PM) a 500X y 2000X



Fuente: Elaboración propia.

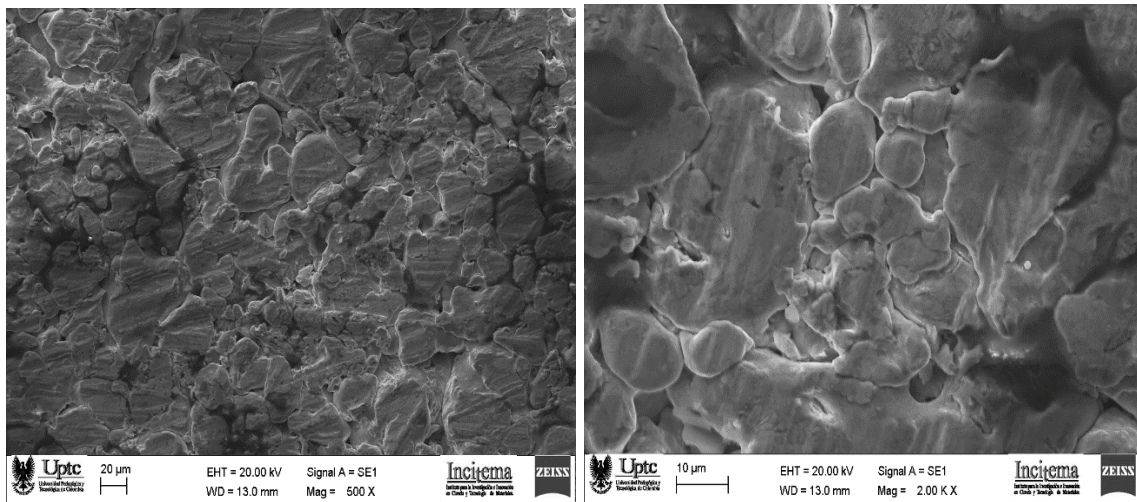
En la figura 34 se observa la morfología de los granos compactados de la matriz metálica de acero 316 (PM) a dos aumentos 500X y 2000X; evidenciando así a 500X una morfología irregular distribuida uniformemente sin dejar espacios de gran magnitud entre las mismas partículas, dando a conocer el empaquetamiento óptimo de la mezcla para este acero. Las zonas oscuras hacen referencia al lubricante que se emplea (Estearato de Zinc). A 2000X se puede observar que no existe espacios significativos entre las partículas. El análisis de morfología es similar para la siguiente probeta compactada.

6.2.2.2 Morfología probeta en verde acero 316 (PM) más 1% de Titanio de 45 μm (PM+Ti).

El acero 316 (PM) más 1% de Titanio de 45 μm (PM+Ti) fue mezclado y compacto como se menciona en los numerales 5.3.1 y 5.3.2.

Seguido del proceso de compactación esta probeta presenta la siguiente morfología:

Figura 35: Morfología probeta en verde acero 316 (PM) más 1% de Titanio de 45 μm (PM+Ti) a 500X y 2000X



Fuente: Elaboración propia.

En la figura 35 se puede observar la morfología correspondiente a la probeta de acero 316 (PM) mas 1% de Titanio de 45 μm , en donde se evidencia que las partículas de Titanio debido a su forma irregular ocupan algunos de los espacios que deja la matriz metálica; al igual que en la figura 34 presenta zonas oscuras correspondientes al lubricante (Estearato de Zinc) el cual se elimina en el proceso de sinterización.

Es claro que a 2000X en la zona analizada se presentan partículas de formas irregulares, unas de tamaños más considerables frente a las demás, evidenciando un mejor empaquetamiento con la adición de Titanio.

6.2.3 Densidad.

Las pruebas de densidad se hicieron con base a lo descrito en el numeral 5.3.3.2; se sometieron las probetas en verde de acero 316 (PM) y acero 316 (PM+Ti), los resultados se presentan en la tabla 6:

Tabla 6 Densidad en verde para acero 316 (PM) sin adiciones y acero 316 (PM+Ti) con adición 1% Ti.

| Nº de probeta | Acero 316 (PM) (g/cm ³) | Acero 316 (PM+Ti) (g/cm ³) |
|-------------------|-------------------------------------|--|
| 1 | 7,02 | 7,25 |
| 2 | 7,11 | 7,18 |
| 3 | 7,05 | 7,21 |
| Promedio densidad | 7,06 | 7,213 |

Fuente: Elaboración propia.

En esta prueba no se somete la barra de acero 316 comercial (AC) debido a que esta ya está definida por medio del fabricante. Se observa en la tabla 6 que la adición de Titanio a la matriz metálica resulta aumentando levemente los valores de densidad, ya que estas partículas se pueden introducir u ocupar espacios vacíos que quedan en la matriz.

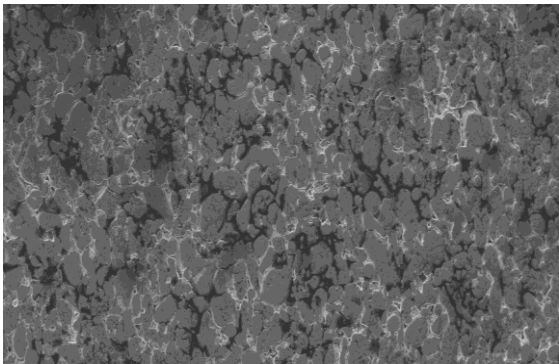
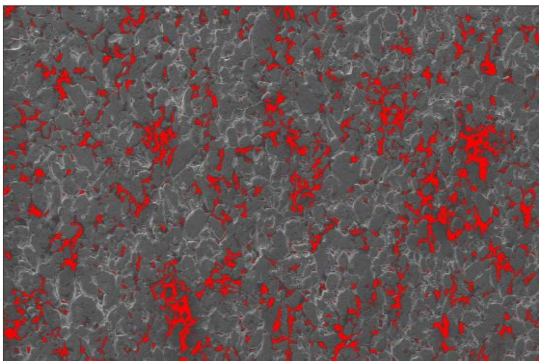

6.2.4 Porosidad.

Para el análisis de porosidad se tomaron las imágenes tomadas por parte del microscopio electrónico de barrido (MEB) de las probetas compactadas en verde acero 316 (PM) y acero 316 (PM+Ti) para ser llevadas al software Fiji como se mencionó en el apartado 5.3.3.3, realizando el análisis para tres imágenes diferentes a 200X. A continuación, se presenta el valor promedio de porosidad.

6.2.4.1 Porosidad para acero 316 (PM) sin adiciones en verde.

En la tabla 7 se observa el procedimiento para el análisis de porosidad:

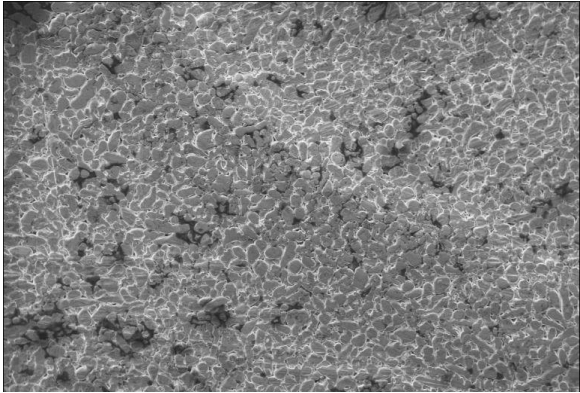
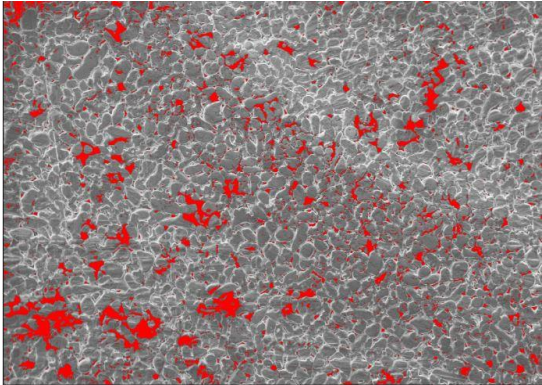
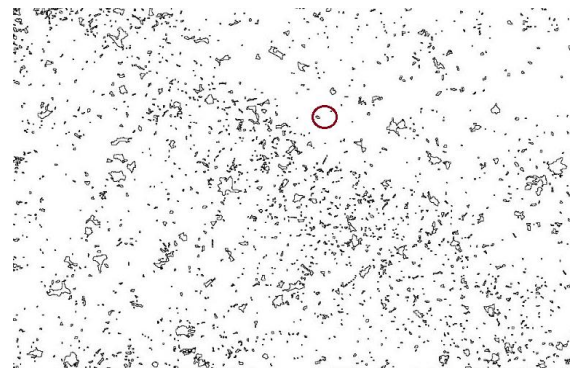
Tabla 7: Análisis de porosidad para acero 316 (PM) sin adiciones en verde.

| Imagen tomada del MEB | Imagen analizada en Fiji |
|---|---|
|  |  |
| Porosidad hallada en Fiji | Porcentaje de porosidad hallada |
|  | <p>Resultados:</p> <ul style="list-style-type: none"> • 5,987 % • 6,056 % • 5,901 % <p>Promedio porcentaje de porosidad:</p> <ul style="list-style-type: none"> • 5,981 % |

Fuente: Elaboración propia.

6.2.4.2 Porosidad para acero 316 (PM+Ti) con adición de Titanio 1% en verde.
En la tabla 8 se observa el procedimiento para el análisis de porosidad:

Tabla 8: Análisis de porosidad para acero 316 (PM+Ti) con adición de Titanio 1% en verde

| Imagen tomada del MEB | Imagen analizada en Fiji |
|---|---|
|  |  |
| Porosidad hallada en Fiji | Porcentaje de porosidad hallada |
|  | <p>Resultados:</p> <ul style="list-style-type: none"> • 5,678 % • 5,437 % • 5,551 % <p>Promedio porcentaje de porosidad:</p> <ul style="list-style-type: none"> • 5,555 % |

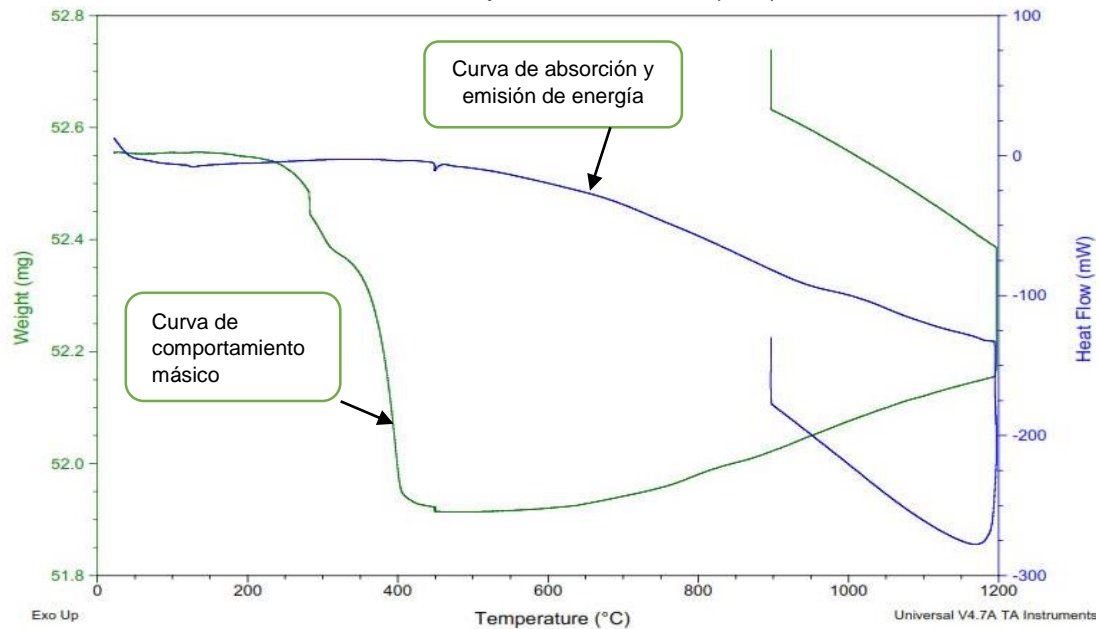
Fuente: Elaboración propia.

Como se puede observar en la tabla 7 se realiza el análisis de porosidad para la probeta compactada en verde sin adiciones obteniendo así de la zona un porcentaje de porosidad de 5,981%; a diferencia del análisis para la probeta en verde con adición de Titanio 1% presenta un porcentaje menor de 5,555%, esto se atribuye al contenido de este elemento en la matriz metálica ocupando los espacios que dejan algunas partículas de 150 μm y 45 μm . Esta propiedad es de vital importancia en el proceso de sinterización ya que a menor porosidad o espacios entre partículas se obtendrá mejores resultados frente a propiedades como la densidad, desgaste, dureza, entre otras.

6.2.4 Termogavimetria (TGA)

El ensayo de termogavimetria se realiza a las probetas de acero 316 (PM) sin adiciones y con adición de Titanio 1% (PM+Ti) en verde; este procedimiento se realiza con base a lo descrito en el apartado 5.3.3.4 empleando una muestra de 50 mg compactada de cada probeta; los resultados se presentan a continuación:

Gráfica 6 : Grafica de curvas TGA para acero 316 (PM) sin adiciones en verde.



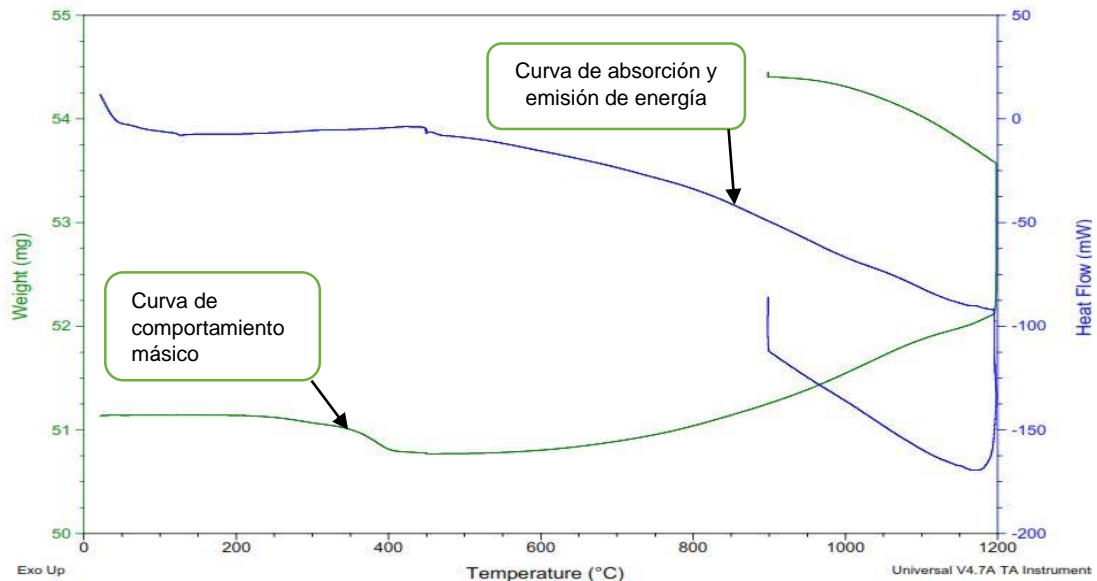
Fuente: Elaboración propia.

En la gráfica 6 se observa como tal la simulación del proceso de sinterización, se puede evidenciar existen dos curvas en este gráfico, en cada extremo representado con el color verde en la ordenada de la zona izquierda encontramos el peso inicial de la probeta dado en (mg), seguido de del eje de la abscisa con la temperatura del proceso y finalmente en la ordenada de la zona derecha con el color azul el desprendimiento de calor o flujo térmico en (mW).

Analizando la curva verde en su trayectoria frente a la temperatura se puede observar que entre 200°C y 510°C ocurre una pérdida de masa de alrededor 0,55mg los cuales corresponden al 1% del lubricante (Estearato de Zinc) corroborando así lo establecido por la literatura; siguiendo en el avance de la abscisa encontramos una ganancia de masa hasta la temperatura de sinterización del material, esto obedece a la dilatación térmica de los metales o al tipo de reacción que se presente; en la zona de sostenimiento de la temperatura a 1200°C se observa nuevamente un aumento en la masa del material, esto se puede deber a que allí se está

realizando la fusión incipiente de las partículas metálicas; y finalmente cuando la temperatura desciende a 900°C existe una ganancia de masa considerable alrededor de 0,1 mg para finalizar con la rampa de calentamiento propuesta para el proceso de sinterización. En la segunda curva la cual está identificada de color azul en la ordenada del lado derecho podemos observar la absorción y emisión de energía que ocurren a las diferentes temperaturas, para el análisis de termogavimetria se tienen en cuenta las reacciones exotérmicas y endotérmicas, aclarando que en esta investigación no se define la reacción exacta que ocurre si no que se menciona que existen reacciones de estos tipos en el proceso. Para la trayectoria de la curva azul frente a la temperatura inicial y de 200°C existe un cambio en la curva lo cual indica una reacción, para este caso es endotérmica ya que presenta una absorción de calor aproximada de 25 mW, más adelante entre 200°C y llegando a la temperatura de sinterización 1200°C ocurre una absorción de alrededor de 100mW, mientras que en el tiempo de sostenimiento a 1200°C ocurre la mayor absorción de calor duplicando la anterior 200mW y ya para finalizar cuando desciende la temperatura a 900°C ocurre otro tipo de reacción la cual es de tipo exotérmica liberando calor de aproximadamente 125mW hasta el final del proceso. Finalmente, en el grafico 7 se obtienen las mismas curvas para la probeta en verde con adición de Titanio 1%.

Gráfica 7 : Grafica de curvas TGA para acero 316 con adición de Titanio 1% (PM+Ti) en verde.



Fuente: Elaboración propia.

En la gráfica 7 se puede evidenciar el diagrama de curvas típicas del ensayo de termogravimetría (TGA) para el acero 316 con adición de Titanio 1% en verde; el análisis es similar al presentado en la gráfica 6.

Analizando la curva para la formación de reacciones químicas si nos remitimos a la gráfica 6 identificamos que son bastante similares, con la particularidad de que esta presenta menos absorción de calor a las mismas temperaturas ya identificadas, por consiguiente, resulta que:

- De la temperatura inicial a 200°C se presenta una reacción endotérmica con absorción de calor aproximada de 13mW.
- De 200°C a 1200°C (temperatura de sinterización) ocurre una reacción endotérmica con absorción de calor alrededor de 82mW.
- En el tiempo a 1200°C presenta una absorción de calor de 76mW.
- Finalmente se presenta una reacción exotérmica hasta el final del proceso liberando calor aproximadamente de 79mW.

Para la curva verde de ganancia o pérdida de masa se evidencia que:

- De la temperatura inicial a 400°C existe una pérdida de masa de 0,1 mg esto hace referencia al contenido de lubricante en la mezcla de los polvos.
- De 400°C a la temperatura de sinterización 1200°C ocurre una ganancia de masa alrededor de 1,5 mg, esto puede suceder debido a la dilatación térmica del material o a la reacción que esté sucediendo en este intervalo (endotérmica).
- En el tiempo de sostenimiento a la temperatura de sinterización 1200°C se evidencia una ganancia de masa de 1,3 mg, esto se atribuye a que en esta etapa ocurre el proceso de fusión incipiente entre los granos metálicos
- Finalmente, de 1200°C a la etapa final del proceso existe una ganancia de masa de 0,8mg.

6.3 CARACTERIZACIÓN DE PROBETAS SINTERIZADAS Y ACERO 316 COMERCIAL.


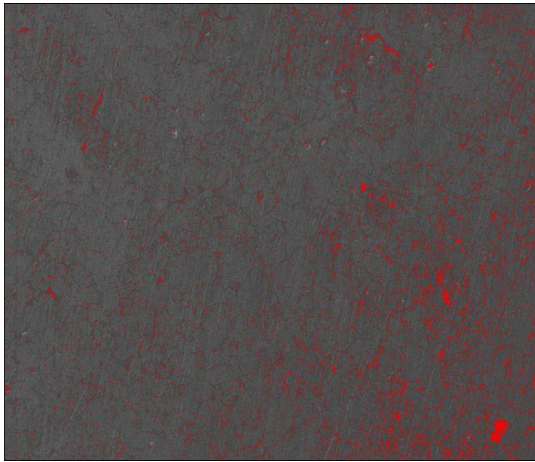
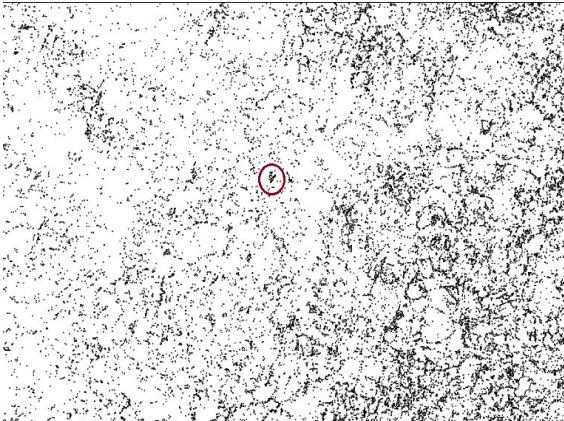
6.3.1 Porosidad.

En la caracterización de las probetas sinterizadas se emplea nuevamente el microscopio electrónico de barrido junto con la ayuda del software Fiji para hallar la porosidad y poder comparar su porcentaje de poros respecto a las probetas en verde, los resultados se presentan a continuación:

7.3.1.1 Porosidad para acero 316 (PM) sin adiciones sinterizado.

En la tabla 9 se observa el procedimiento para el análisis de porosidad

Tabla 9: Análisis de porosidad para acero 316 (PM) sin adiciones sinterizada.

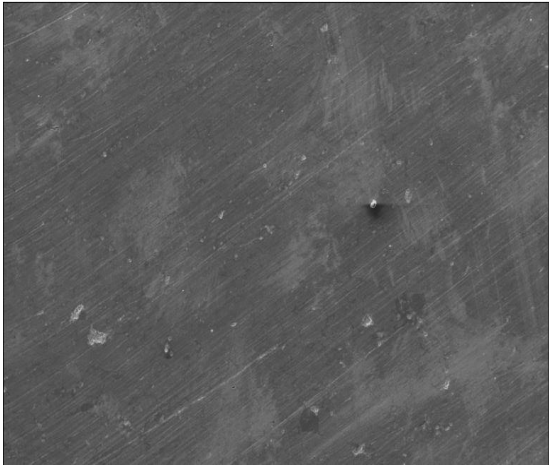
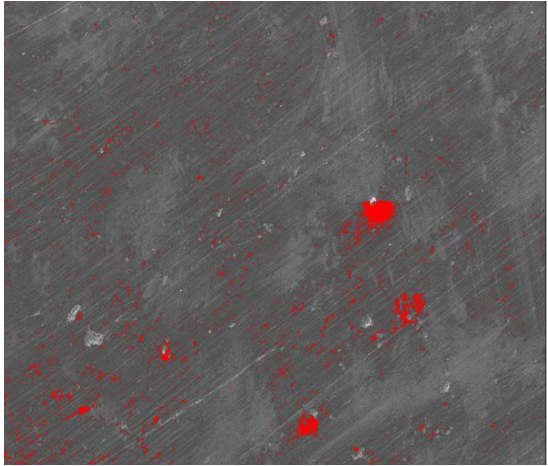
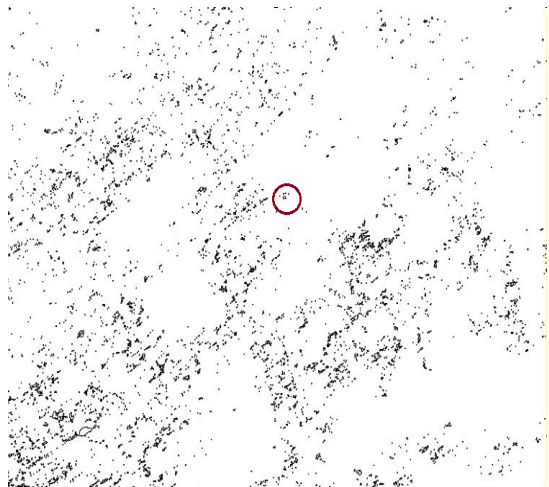
| Imagen tomada del MEB | Imagen analizada en Fiji |
|---|---|
|  |  |
| Porosidad hallada en Fiji | Porcentaje de porosidad hallada |
|  | <p>Resultados:</p> <ul style="list-style-type: none"> • 4.055 % • 4,101 % • 4,220 % <p>Promedio porcentaje de porosidad:</p> <ul style="list-style-type: none"> • 4,125 % |

Fuente: Elaboración propia.

En la tabla 9 se puede observar un cambio significativo en la porosidad de la probeta sinterizada respecto a la probeta en verde del acero 316 (PM) sin adiciones, esto se debe a la cohesión que se realiza al momento de llevar las partículas metálicas a la temperatura de sinterización formando así una estructura sólida con menor porosidad.

7.3.1.2 Porosidad para acero 316 (PM+Ti) con adición de Titanio 1% sinterizado. En la tabla 10 se observa el procedimiento para el análisis de porosidad.

Tabla 10: Análisis de porosidad para acero 316 (PM) con adición de Titanio 1% sinterizada.

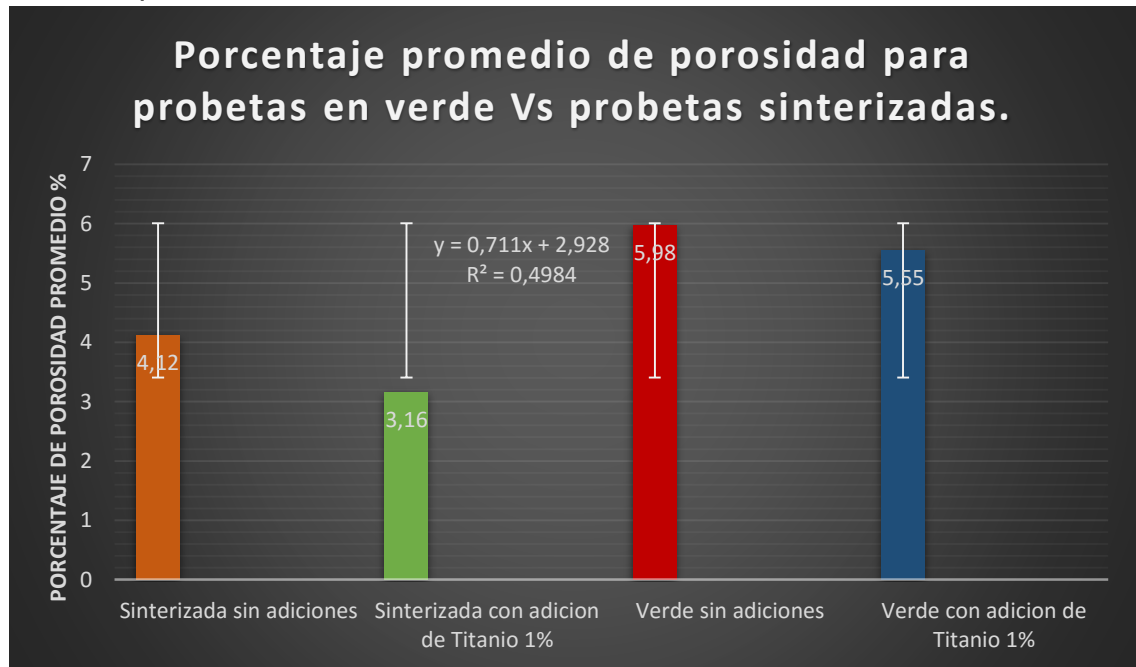
| Imagen tomada del MEB | Imagen analizada en Fiji |
|---|---|
|  |  |
| Porosidad hallada en Fiji | Porcentaje de porosidad hallada |
|  | <p>Resultados:</p> <ul style="list-style-type: none"> • 3,325 % • 3,153 % • 3,005 % <p>Promedio porcentaje de porosidad:</p> <ul style="list-style-type: none"> • 3,161 % |

Fuente: Elaboración propia.

En la tabla 10 se puede evidenciar el análisis de porosidad para la probeta de acero 316 (PM+Ti) con adición de Titanio 1% sinterizada la cual tiene porcentajes más bajos de porosidad frente a la misma, pero en verde.

Lo cual indica que las partículas metálicas de Titanio surtieron efecto tanto en la mezcla para las probetas en verde como para el proceso de sinterizado efectuando así una función de vital importancia para las demás propiedades a caracterizar. Teniendo en cuenta lo anterior se realiza una comparación de porosidad en verde como después del proceso de sinterización lo cual se plasma en la gráfica 8 a continuación:

Gráfica 8 Comparación de porcentaje promedio de porosidad de las probetas en verde vs probetas sinterizadas



Fuente: Elaboración propia.

En la gráfica 8 se puede observar el valor promedio de porosidad de las probetas sinterizadas y en verde, teniendo como valor más alto de porosidad la probeta en verde sin adiciones y con menor porosidad para el mismo caso la probeta con adición de Titanio 1%; el mismo fenómeno ocurre en las probetas sinterizadas haciendo notar que la adición de Titanio tanto en las probetas en verde como en las sinterizadas surte un efecto considerable en esta propiedad lo cual es de importancia para las demás propiedades evaluadas dado que entre menor porosidad presente el material su densidad será aumentada, de esta manera se tendrá la certeza de obtener un material más sólido.

6.3.2 Densidad.

Para este caso se someten a la prueba de densidad las probetas de acero 316 (PM) sin adiciones y las probetas de acero 316 (PM+Ti) con adición de Titanio 1% con el fin de realizar un comparativo entre los resultados hallados antes y después del proceso de sinterización.

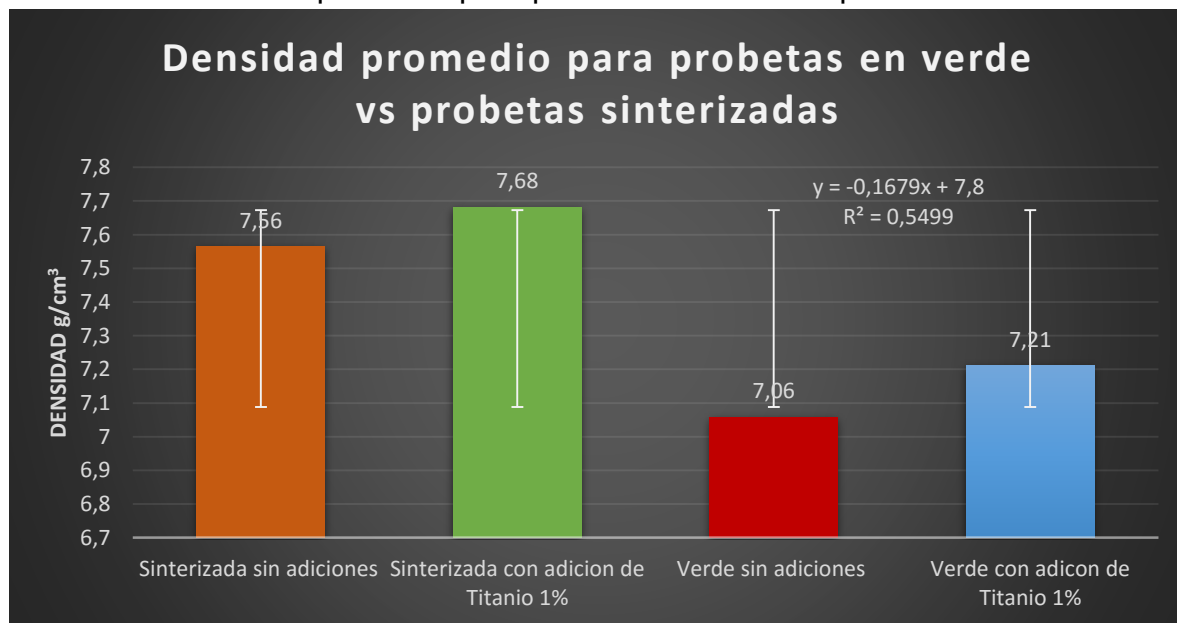
En la tabla 11 se pueden observar los datos de densidad para estos dos tipos de probetas sinterizadas con su respectivo promedio. A continuación se evidencian los resultados en la gráfica 9:

Tabla 11: Densidad para probetas de acero 316(PM) y acero 316 (PM+Ti) sinterizadas.

| Nº de probeta | Acero 316 (PM) (g/cm ³) | Acero 316 (PM+Ti) (g/cm ³) |
|-------------------|-------------------------------------|--|
| 1 | 8,041 | 7,160 |
| 2 | 7,083 | 8,033 |
| 3 | 7,572 | 7,856 |
| Promedio densidad | 7,565 | 7,683 |

Fuente: Elaboración propia.

Gráfica 9: Densidad promedio para probetas en verde vs probetas sinterizadas.







Fuente: Elaboración propia.

Como se puede observar en el grafico 9 el resultado de densidad más alto de las probetas sinterizadas obedece a la probeta con acción de Titanio 1%, el mismo caso sucede en las probetas en verde teniendo en cuenta que después de la sinterización

se presenta un rango mayor de densidad de alrededor $0,437 \text{ g/cm}^3$ frente a las probetas que contienen Titanio.

Al igual que las probetas sin adición de Titanio se presenta un aumento en su densidad antes y después de sinterizado de $0,0505 \text{ g/cm}^3$.

Tabla 12: Relación del cambio porcentual frente a las propiedades de porosidad y densidad antes y después del proceso de sinterización.

| RELACION DE MUESTRAS | CAMBIO PORCENTUAL DEL VALOR DE POROSIDAD PROMEDIO | CAMBIO PORCENTUAL DEL VALOR DE DENSIDAD PROMEDIO |
|--|---|--|
| MUESTRA VERDE (PM) MUESTRA SINTERIZADA (PM) | 45,0%  | 6,6%  |
| MUESTRA VERDE (PM+Ti) MUESTRA SINTERIZADA (PM+Ti) | 76,0%  | 6,1%  |

Fuente: Elaboración propia

Como se observa en la tabla 12 el acero 316 (PM) sin adiciones presenta una disminución porcentual frente a las muestras en verdes y sinterizadas de un 45%(reducción) y que su aumento de densidad fue de un 6.6%. El mismo caso sucede para el acero 316 (PM+Ti) el cual evidencia un cambio porcentual en la propiedad de porosidad en un 76% (reducción) frente a las muestras en verde y sinterizadas y finalmente un aumento de densidad en un 6.1%.

Lo anterior logra establecer que las muestras de aceros pulvimetalúrgicos al reducir su porosidad, lograron aumentar su densidad en valores muy pequeños. Siendo así los datos obtenidos de densidad son los cercanos para un acero de la serie 316, notando claramente que el titanio surte un efecto positivo frente a la reducción de porosidad y a su leve aumento de densidad en comparación a la muestra sin adición de Titanio. Ahora bien, el cambio porcentual en cuanto a la propiedad de porosidad son valores muy elevados lo cual indica carencias frente a la no estandarización del manejo para la toma de porosidad en el software ImageJ “Fiji”.

Por tanto los datos que se validan para esta investigación en adelante son los presentados de densidad ya que estos se obtuvieron bajo la norma citada en el numeral 5.3.3.2.

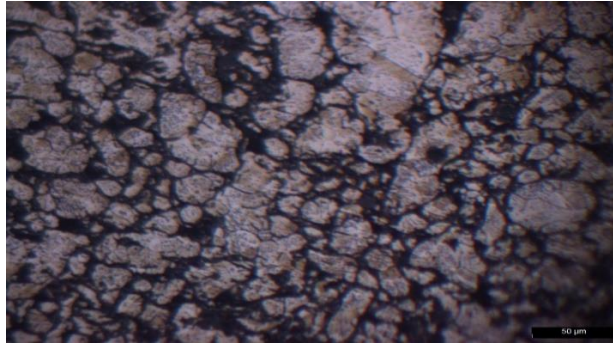
6.3.3 Microestructura.

Una vez finalizado el proceso de sinterización se realiza lo establecido en el apartado 5.5.3 para obtener las siguientes microestructuras:

6.3.3.1 Microestructura Acero 316 (PM) sin adiciones sinterizada.

En la figura 36 se observa la microestructura para el acero 316 sin adiciones:

Figura 36: Microestructura Acero 316 (PM) sin adiciones sinterizada.



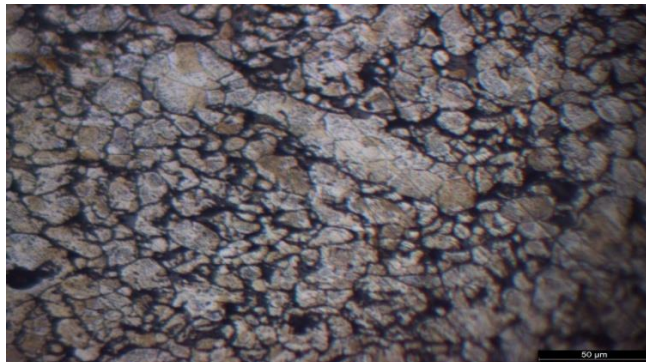
Fuente: Elaboración propia.

En la figura 36 se puede observar una microestructura de tipo austenítica, la cual es característica de estos aceros 316 pulvimetalúrgicos. Adicional a esto se observa la cohesión entre los granos de la matriz generando así una superficie metálica con diferentes tamaños de partícula que en este caso es de 150 μm y 45 μm .

6.3.3.2 Microestructura Acero 316 (PM+Ti) con adición de Titanio 1% sinterizada.

En la figura 37 se observa la microestructura para el acero 316 con Titanio:

Figura 37: Microestructura Acero 316 (PM+Ti) con adición de Titanio 1% sinterizada



Fuente: Elaboración propia.

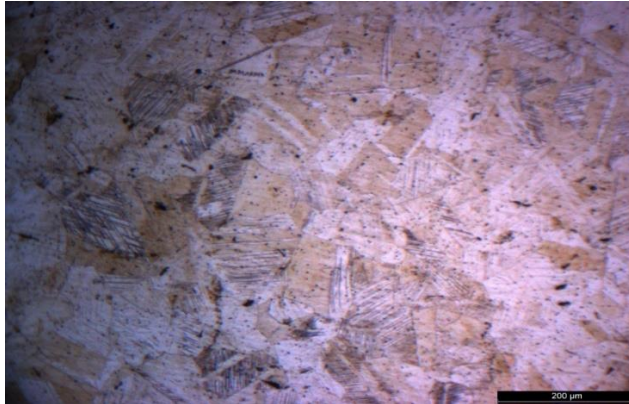
En la figura 37 de igual forma que la anterior microestructura evidenciamos una microestructura predominante austenítica, en este caso se alcanza a diferenciar la

presenta de partículas de menor tamaño adheridas a las que sobresalen, se podría atribuir que pertenece algunas de ellas a la presencia de Titanio, disminuyendo entonces la porosidad de la matriz metálica como se evidencio en el grafico 8.

6.3.3.3 Microestructura Acero 316 comercial (AC).

En la figura 36 se observa la microestructura para el acero 316 comercial:

Figura 38: Microestructura Acero 316 comercial (AC)



Fuente: Elaboración propia.

En la figura 38 se observa una estructura totalmente austenítica, se corrobora entonces la procedencia del acero 316 comercial (AC), adicional a esto se presentan puntos negros en la micrografía haciendo alusión a inclusiones por parte del abrasivo, carburo de silicio y para su brillo espejo Alúmina.

6.3.4 Microdureza.

Para la toma de microdureza se realiza el procedimiento estipulado en el apartado 5.5.4, en el cual se someten las probetas de acero 316 (PM) sin adiciones, acero 316 (PM+Ti) con adición de Titanio 1% y la barra de acero 316 comercial (AC); los resultados de dichas tomas se presentan a continuación:

Tabla 13: Microdureza para probetas de acero 316 (PM), acero316 (PM+Ti) y acero 316 comercial (AC) en la escala de dureza Vickers.

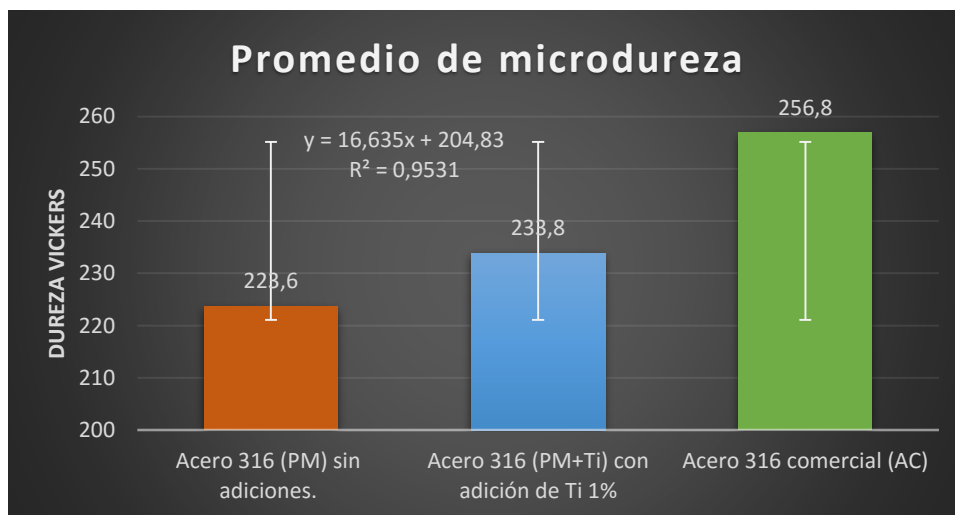
| <ul style="list-style-type: none"> Acero 316 (PM) sin adiciones. | 221,8 HV | Promedio |
|---|----------|----------|
| | 223,5 HV | 223,6 HV |
| | 225,5 HV | |

| | | |
|--|----------|----------|
| <ul style="list-style-type: none"> Acero 316 (PM+Ti) con adición de Ti 1% | 255,2 HV | Promedio |
| | | 233,8 HV |
| | 213,9 HV | |
| | 232,3 HV | |
| <ul style="list-style-type: none"> Acero 316 comercial (AC) | 259,5 HV | Promedio |
| | | 256,8 HV |
| | 254,2 HV | |
| | 256,7 HV | |

Fuente: Elaboración propia.

Para efectos de comparar la dureza de las probetas, se presenta la gráfica 10:

Gráfica 10: Promedio de microdureza aceros 316 pulvimetalúrgicos sinterizados y acero 316 comercial.



Fuente: Elaboración propia.

Tal y como se observa en el grafico 10 la probeta de acero 316 comercial tiene un desempeño optimo por encima de los aceros pulvimetalúrgicos, pero para los casos de los aceros 316 (PM) sin adiciones y el acero 316 (PM+Ti) con adición de Titanio 1% encontramos que la adición de titanio surte efecto en la matriz metálica dando así una mayor microdureza en el material. Esto se puede atribuir a dos ítems, el primero a la inclusión de las partículas de titanio en la matriz y en la formación de nitruros de Titanio o Carburos de Titanio en el proceso de sinterización.

6.4 DETERMINACIÓN DE RESISTENCIA AL DESGASTE

Teniendo en cuenta lo estipulado en el apartado 5.7.1 se realiza la prueba de desgaste (pin on disk) a los diferentes tipos de probetas con el fin de determinar su masa perdida, evidenciar su huella de desgaste y finalmente el perfil topográfico de la huella tomado por el microscopio Leica. Para tal fin se emplearon unas condiciones en el ensayo las cuales se indican a continuación:

Tabla 14: Condiciones para el ensayo de desgaste (pin on disk)

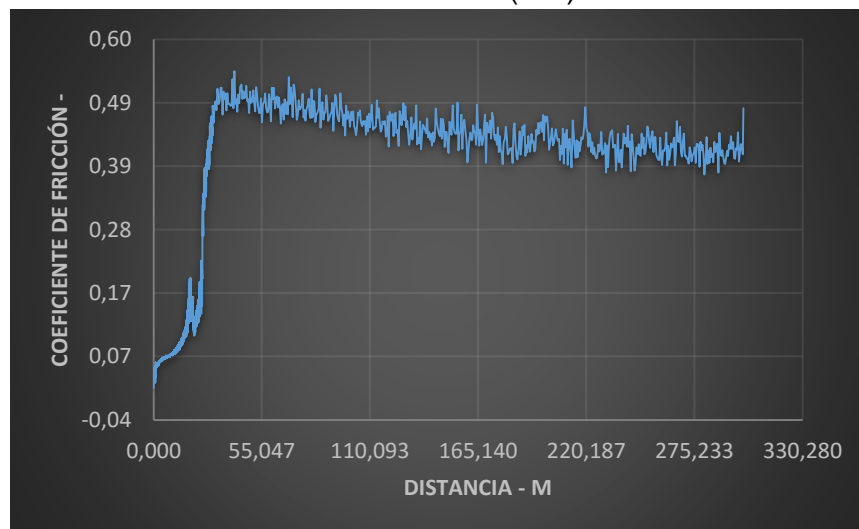
| CONDICIONES DE ENSAYO | | | |
|-----------------------|---------------|------------------|---------------|
| Material Disco | Material Bola | Lubricante | Diam.Bola(mm) |
| Probetas | Alúmina | Sin Lubricante | 4,00 |
| Vel. ensayo(rpm) | Radio(mm) | Peso aplicado(N) | Distancia(m) |
| 318,00 | 3,00 | 3,00 | 300,00 |

Fuente: Elaboración propia.

6.4.1 Desgaste acero 316 (PM) sin adiciones sinterizado.

En la gráfica 11 se observa el coeficiente de fricción para el acero 316 (PM):

Gráfica 11: Coeficiente de fricción acero 316 (PM) sin adiciones sinterizado.

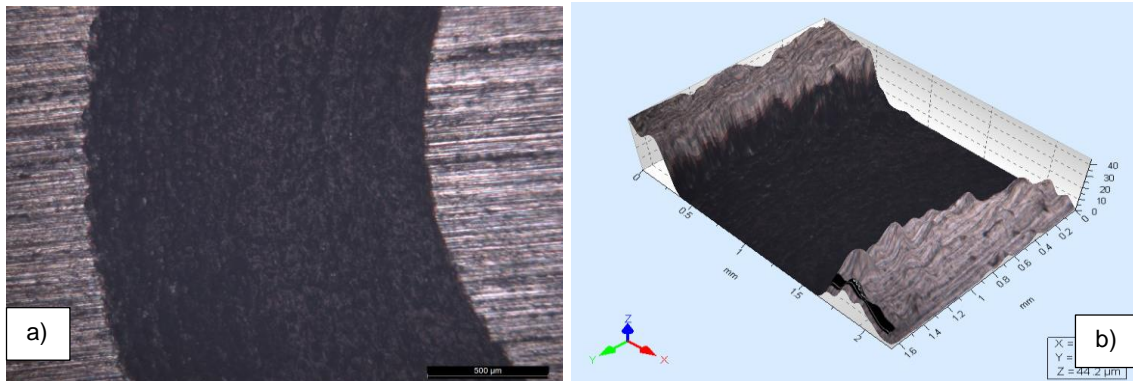


Fuente: Elaboración propia.

En la gráfica 11 se observa el coeficiente de fricción vs distancia, en donde este coeficiente se estabiliza a una distancia de 27m de recorrido durante el ensayo. Analizando el valor de coeficiente de fricción, tiene un pico máximo de 0,50 y comienza a descender hasta llegar al recorrido máximo del ensayo en 0,44. Adicional a esto una vez finalizado el ensayo se lleva al microscopio Leica con el fin

de tomar el perfil topográfico de la huella realizada en la probeta; esto se puede apreciar en la Figura 39:

Figura 39 Huella acero 316(PM) sin adiciones sinterizado.



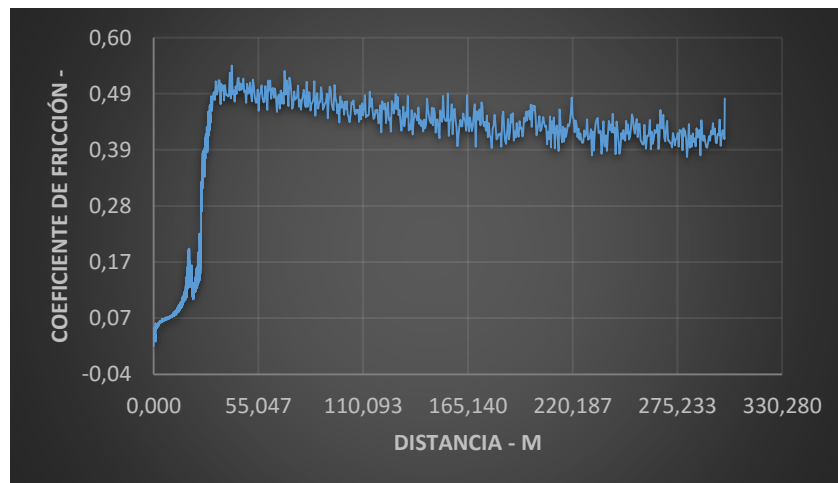
Fuente: Elaboración propia.

En la figura 39 a) se puede apreciar la huella generada por la esfera de alúmina sobre la probeta, la cual tiene un ancho total de aproximadamente 2mm; en la figura 39 b) se puede observar el perfil topográfico de la huella en donde cabe destacar que el desgaste fue homogéneo sin desprendimientos de partículas metálicas y adicional a esto con una profundidad de huella de 44,2 μm . El análisis es similar para las siguientes probetas.

6.4.2 Desgaste acero 316 (PM+Ti) con adición de Titanio 1% sinterizado.

En la gráfica 12 se observa el coeficiente de fricción para el acero 316 (PM+Ti):

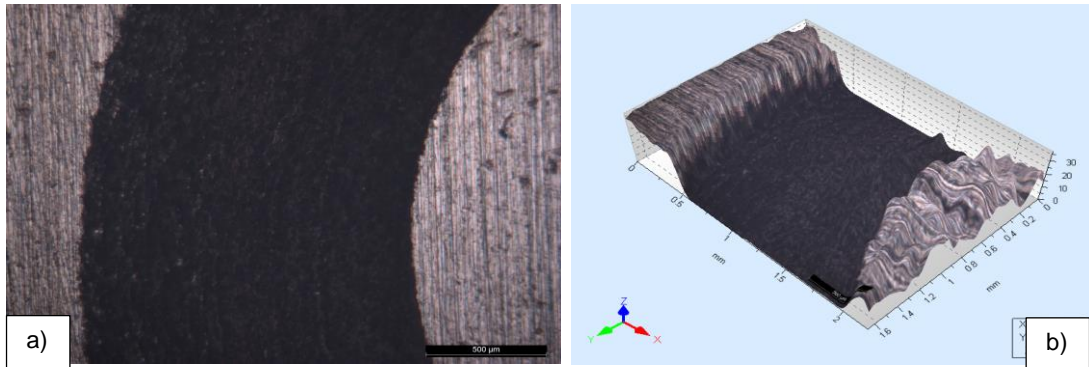
Gráfica 12: Coeficiente de fricción acero 316 (PM+Ti) con adición de Titanio 1% sinterizado.



Fuente: Elaboración propia.

Analizando la gráfica 12 el coeficiente de fricción tiene su pico más alto a una distancia de 30m teniendo como coeficiente un valor de 0,49, el cual tiene una continuidad descendente durante el recorrido del ensayo finalizando en 318m con alrededor de 0,40 de coeficiente de fricción para esta probeta.

Figura 40: Huella acero 316 (PM+Ti) con adición de Titanio 1% sinterizado.



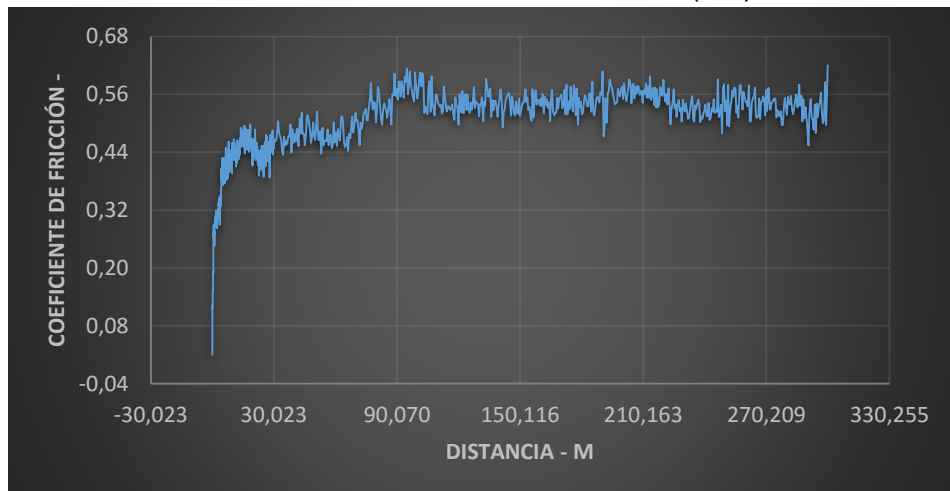
Fuente: Elaboración propia.

En la figura 40 a) se puede evidenciar la huella que se genera en la superficie de esta probeta debido al contacto de la esfera de alúmina a lo largo del ensayo, teniendo un ancho de 1,6mm; mientras que en la figura 40 b) se puede observar el perfil topográfico de la misma huella con una profundidad de 37 µm, resaltando que no se observan desprendimientos en la probeta y un desgaste homogéneo.

6.4.3 Desgaste acero 316 comercial (AC).

En la gráfica 13 se observa el coeficiente de fricción para el acero 316 (AC):

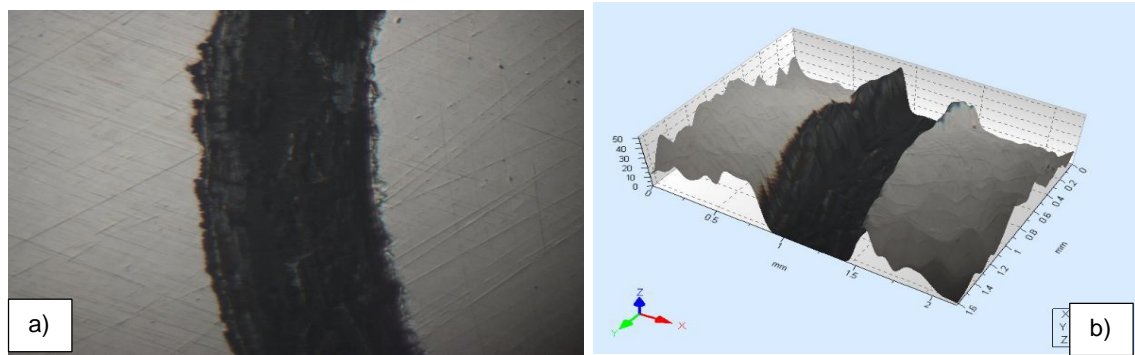
Gráfica 13: Coeficiente de fricción acero 316 comercial (AC).



Fuente: Elaboración propia.

Como se evidencia en la gráfica 13 para el caso del acero 316 comercial la estabilización del coeficiente de fricción es ascendente en 90m de recorrido con un valor de aproximadamente 0,57 continuando constante hasta finalizar el ensayo con un resultado de 0,54.

Figura 41: Huella acero 316 comercial.



Fuente: Elaboración propia.

Para el caso del análisis de la huella generada en el acero 316 comercial tenemos que en la figura 41 a) se observa la huella que tiene un ancho de 0,5mm con una profundidad de la misma en el perfil topográfico de 40μm como se evidencia en la figura 41 b). Una vez se terminan de someter las probetas al ensayo y teniendo en cuenta las condiciones del mismo se procede a realizar los cálculos de pérdida de masa, pérdida de volumen y finalmente coeficiente de desgaste; lo anterior se realiza según lo establecido por la norma mencionada en el apartado 6.7.1. En la tabla 15 se evidencia el promedio de coeficiente de desgaste:

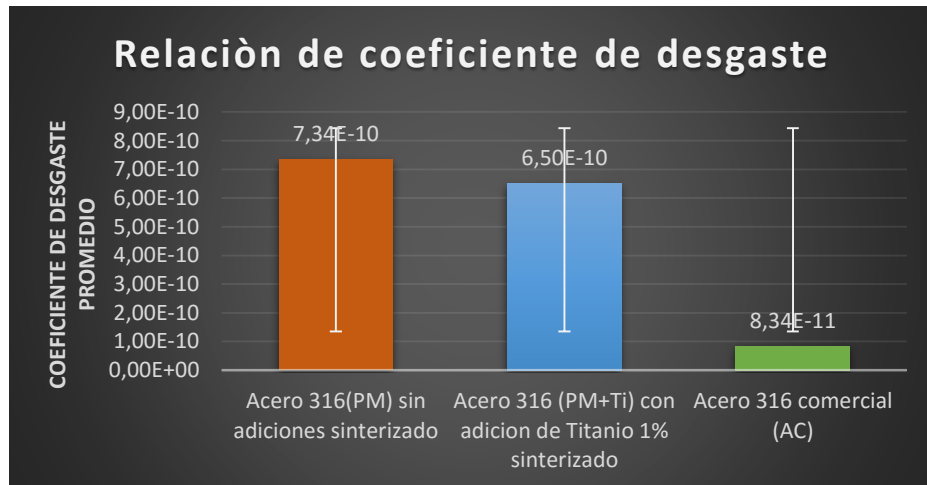
Tabla 15: Resultados de masa perdida, volumen perdido y coeficiente de desgaste.

| | Nº Probeta | Peso inicial (g) | Peso final (g) | Masa perdida (g) | Volumen perdido (mm ³) | Coeficiente de desgaste (mm ³ /N.mm) | Promedio coeficiente de desgaste (mm ³ /N.mm) |
|--|---------------|---------------------|-------------------|------------------------|--|---|---|
| -Acero 316 (PM) sin adiciones sinterizado | 1 | 2,1552 | 2,1502 | 0,0050 | 0,0006609 | 7,34E-10 | 7,34E-10 |
| | 2 | 2,1085 | 2,1026 | 0,0059 | 0,0007799 | 8,66E-10 | |
| | 3 | 2,1349 | 2,1308 | 0,0041 | 0,0005419 | 6,02E-10 | |
| -Acero 316 (PM+Ti) sinterizado | 1 | 1,7922 | 1,7877 | 0,0045 | 0,0005857 | 6,50E-10 | 6,5E-10 |
| | 2 | 1,8315 | 1,8272 | 0,0043 | 0,0005596 | 6,21E-10 | |
| | 3 | 1,8135 | 1,8088 | 0,0047 | 0,0006117 | 6,79E-10 | |
| -Acero 316 (AC) | 1 | 38,1383 | 38,1379 | 0,0004 | 0,0000502 | 5,57E-11 | 8,34E-11 |
| | 2 | 45,5682 | 45,5675 | 0,0008 | 0,0001005 | 1,11E-10 | |
| | 3 | 40,2345 | 40,2339 | 0,0006 | 0,0000753 | 8,36E-11 | |

Fuente: Elaboración propia

Con fines de analizar los datos de coeficiente de desgaste para cada probeta se representan en la gráfica 14:

Gráfica 14: Relación promedio del coeficiente de desgaste para las 3 diferentes probetas de acero 316.



Fuente: Elaboración propia.

Como se evidencia en el grafico 14 se compara el rendimiento de los materiales analizados frente al desgaste, la probeta que presenta menos coeficiente de desgaste es el acero 316 comercial (AC), seguido del acero 316 (PM+Ti) con adición de Titanio 1% sinterizado y finalmente el acero 316 (PM) sin adiciones; siendo así entre menor sea el coeficiente de desgaste que se presente en el material, mayor va ser su resistencia al desgaste, dicho esto el acero 316 comercial presenta el mejor desempeño comparado con los dos pulvimetalúrgicos, resaltando que el acero 316 aleado con titanio está por encima del acero 316 que no contiene adiciones esto se debe a la presencia de titanio y a la posible formación bien sea de nitruros de titanio o carburos de titanio durante el proceso de sinterización, cabe aclarar que este proceso fue llevado a cabo bajo una atmosfera controlada de nitrógeno de allí se asume que se pueda dar la formación de estos compuestos.

6.5 DETERMINACIÓN DE RESISTENCIA A LA CORROSIÓN

6.5.1 Resistencia a la corrosión por el método electroquímico.

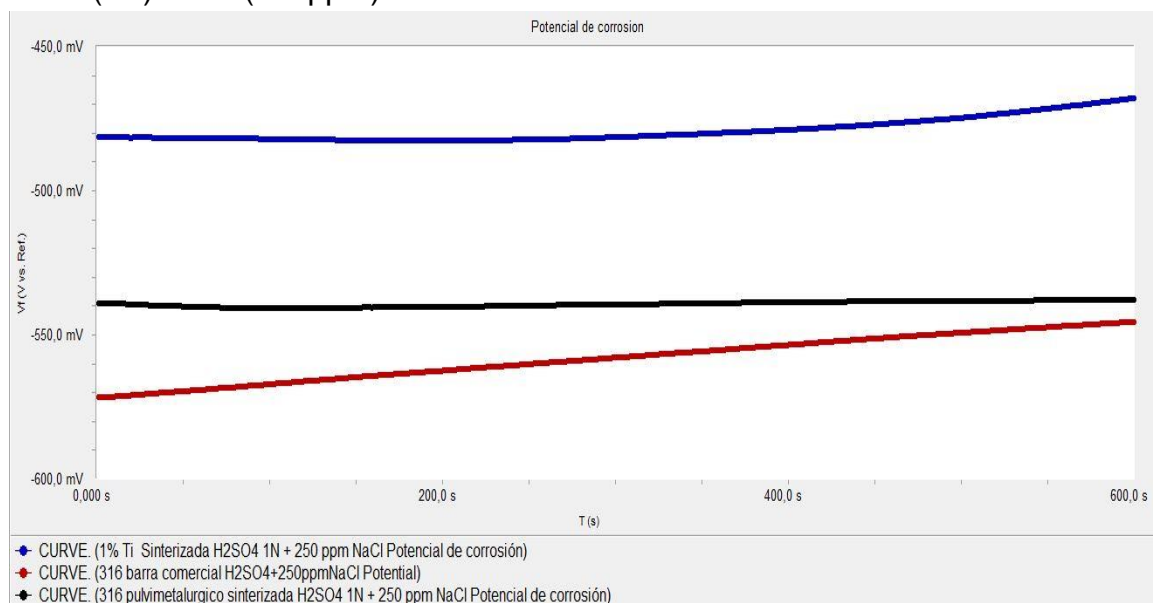
El proceso para la medición de la resistencia por el método electroquímico para los tres diferentes tipos de probetas se encuentra estipulado en el numeral 5.7.1, teniendo en cuenta que se emplearon los siguientes parámetros consignados en la tabla 16:

Tabla 16: Condiciones iniciales para determinar la resistencia a la corrosión de los diferentes tipos de probetas.

| Parámetros para determinar resistencia a la corrosión por el método electroquímico | | | |
|--|--|---------------------------------|-------------------------------|
| Área de exposición para las diferentes probetas (cm ²) | Solución acida para la evaluación del proceso | Voltaje inicial del proceso (V) | Voltaje final del proceso (V) |
| • 0,21 | • H ₂ SO ₄ (1N)+NaCl(250ppm) | • -4 | • 4 |

Fuente: Elaboración propia.

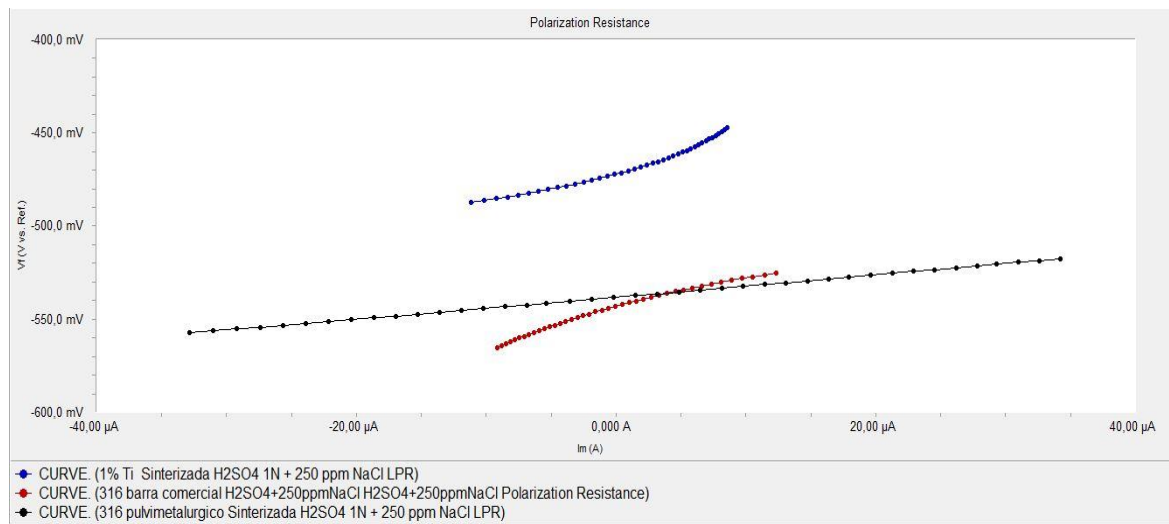
Gráfica 15: Potencial de corrosión para los tres diferentes tipos de acero 316 en H₂SO₄(1N)+NaCl(250ppm)



Fuente: Elaboración propia.

En la gráfica 15 se puede observar el comportamiento de los tres diferentes tipos de acero frente al potencial de corrosión, en donde el acero 316 comercial comienza su recorrido en -571mv siendo este el menor valor frente a los dos pulvimetalúrgicos. Seguido por el acero 316 (PM) sin adiciones sinterizado con un potencial de -539mv, para finalizar con el acero 316 (PM+Ti) con adición de Titanio 1% con un potencial de -481mv. Entre más negativo sea el potencial de corrosión del material, este presenta menos resistencia a la corrosión cediendo electrones y dando paso a las reacciones de oxidación. Dicho esto, el material que en este caso presenta mejor resistencia a la corrosión ya que es el que se encuentra más cercano a la zona catódica es el acero 316 (PM+Ti) con adición de Titanio 1% sinterizado.

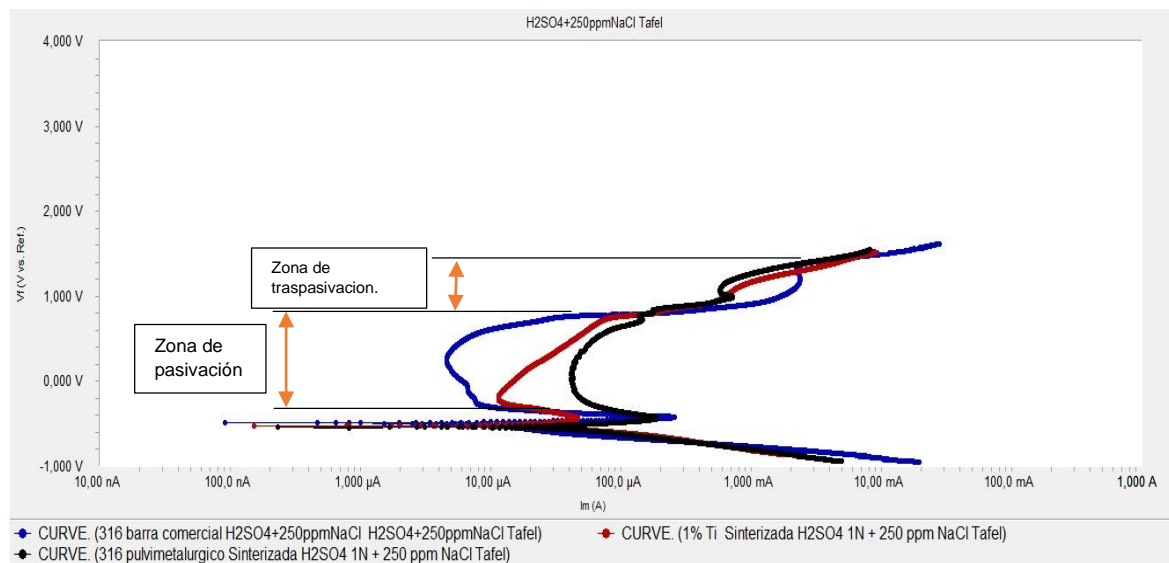
Gráfica 16: Resistencia a la polarización lineal de los tres diferentes tipos de acero 316.



Fuente: Elaboración propia.

Un comportamiento similar se presenta en la gráfica 17 siendo el acero 316 con adición de Titanio el que presenta mejor comportamiento frente a la resistencia a la corrosión debido a su valor de potencial de corrosión alrededor de -440mv.

Gráfica 17: Curvas típicas potenciodinámicas Tafel para los tres diferentes tipos de acero 316.



Fuente: Elaboración propia.

En la gráfica 17 se puede apreciar la superposición de las curvas típicas potenciodinámicas Tafel para los tres diferentes tipos de acero 316.

Analizando se puede apreciar que existen dos zonas importantes de pasivación y transpasivación estas se identifican cuando la gráfica pasa de la zona anódica a la catódica y en ella se ve una curva; cuando el material se encuentra en esta zona es donde se genera una película que lo protege contra la corrosión a esa determinada densidad de corriente, cuando esta capa es rota el material nuevamente se corroe y presenta de nuevo otra curva no tan definida la cual se denomina como una zona de transpasivación donde nuevamente el material tiende a crear la película protectora pero esta es rota por la densidad de corriente siendo constante su comportamiento hasta llegar a 2V; lo cual quiere decir que en adelante el material se corroerá.

Con fines de determinar la velocidad de corrosión de estos tres metales se presenta la tabla 17 relacionando la pendiente anódica, catódica.

Tabla 17: Resultados de la curva potenciodinámica Tafel para los tres diferentes tipos de acero 316.

| Resultados grafica Tafel en solución ácida $H_2SO_4(1N)+NaCl(250ppm)$ | | | | |
|---|---------------------|----------------------|------------|---------------------------------------|
| -Acero 316 (PM) sin adiciones sinterizado | Banodica (V/década) | Bcatodica (V/década) | Ecorr (mV) | Velocidad promedio de corrosión (mpy) |
| | 88,28E-3 | 83,53E-3 | -483 | 29,42 |
| -Acero 316 (PM+Ti) con adición de Ti 1% sinterizado | 77,88E-3 | 88,18E-3 | -472 | 21,37 |
| -Acero 316 comercial (AC) | 135,4E-3 | 94,7E-3 | -543,2 | 13,13 |

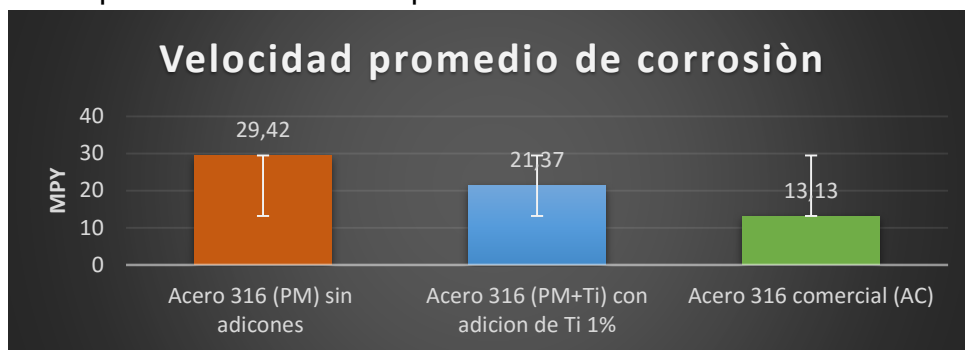
Fuente: Elaboración propia.

Como se evidencia en la Tabla 17 la velocidad promedio de corrosión es dada en mpy(mills per year) siendo este el valor de mayor incidencia para esta prueba de corrosión electroquímica el dato más pequeño será el que tenga el mejor rendimiento a la corrosión como lo es para la probeta de acero 316 comercial (AC) con 13,13 mpy seguida entonces del acero 316 con adición de Titanio presentando un valor de 21,37 mpy y finalizando el acero 316 sin adiciones con 29,42 mpy. Lo anterior se atribuye a la porosidad remanente en la matriz metálica para el caso de los aceros 316 pulvimetalúrgicos, propagándose entonces la corrosión por medio de los poros haciendo que el material pierda su resistencia frente a la corrosión en este medio ácido. Cabe destacar que nuevamente el acero 316 con adición de Titanio presenta un rendimiento más óptimo frente al acero 316 sin adiciones, esto

se puede atribuir a la mayor densidad, menor porosidad en el acero 316 con adición de Titanio.

Lo anterior se puede observar en la gráfica 18:

Gráfica 18 Relación de velocidad promedio de corrosión para los diferentes tipos de acero 316 por el método electroquímico.



Fuente: Elaboración propia.

6.5.2 Resistencia a la corrosión por gravimetría.

Para determinar la resistencia a la corrosión por el método gravimétrico se emplea el proceso estipulado en el apartado 5.7.2 donde se someten los tres diferentes tipos de probetas de acero 316 en un tiempo de 15 días. Este método se realizó con el fin de obtener datos del rendimiento real del material en el medio ácido $\text{H}_2\text{SO}_4(1\text{N})+\text{NaCl}(250\text{ppm})$.

Tabla 18: Velocidad de corrosión método de gravimetría para los tres diferentes tipos de acero 316.





| Resultados velocidad de corrosión por gravimetría | | | | | |
|--|------------|-------------------------|---------------------|------------------------------|---------------------------------------|
| | Nº probeta | Área (cm ²) | Pérdida de masa (g) | Velocidad de corrosión (mpy) | Velocidad de corrosión promedio (mpy) |
| -Acero 316 (PM) sin adiciones sinterizado. | 1 | 3,39 | 0,055 | 20,55 | 20,55 |
| | 2 | 3,40 | 0,049 | 18,31 | |
| | 3 | 3,35 | 0,061 | 22,79 | |
| -Acero 316 (PM+Ti) con adición de Ti 1% sinterizado. | 1 | 2,98 | 0,035 | 14,65 | 14,79 |
| | 2 | 3,01 | 0,038 | 15,91 | |
| | 3 | 2,85 | 0,033 | 13,81 | |
| -Acero 316 comercial (AC) | 1 | 8,45 | 0,0104 | 1,48 | 1,38 |
| | 2 | 9,12 | 0,0095 | 1,25 | |
| | 3 | 10,65 | 0,0127 | 1,43 | |

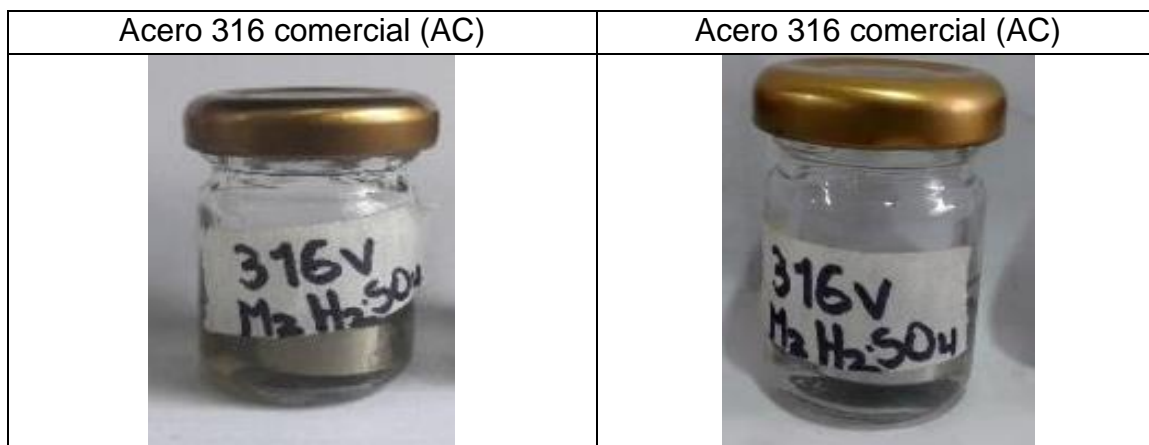
Fuente: Elaboración propia.

En la tabla 18 se presentan los resultados de velocidad de corrosión siendo el acero 316 comercial (AC) el que presenta 1,38 mpy, seguido el acero 316 con adición de Titanio con 14,79 mpy y finalmente se encuentra el acero 316 (PM) sin adiciones con una velocidad promedio de corrosión de 20,55 mpy.

Adicional a esto se presenta la evidencia de la coloración antes y después del ensayo gravimétrico en la tabla 19.

Tabla 19: Diferentes tipos de probetas de acero 316 sometidas al ensayo de resistencia a la corrosión método gravimétrico.

| Antes del ensayo gravimétrico | Después del ensayo gravimétrico. (360horas) |
|---|--|
| Acero 316 (PM+Ti) con adición de Titanio 1% sinterizado. | Acero 316 (PM+Ti) con adición de Titanio 1% sinterizado. |
|  |  |
| Acero 316 (PM) sin adiciones sinterizado. | Acero 316 (PM) sin adiciones sinterizado. |
|  |  |



Fuente: Elaboración propia.

Analizando la tabla 19 una vez pasados los 15 días de exposición del ensayo se presenta esta coloración característica para cada acero 316, siendo el que presenta una coloración oscura (Negra) el acero 316 con adición de Titanio, seguido del acero 316 sin adiciones con un tono naranja del medio ácido y finalmente el acero 316 comercial el cual no presenta un cambio significativo en su coloración tomando un color verdoso muy imperceptible.

Con el fin de determinar a qué obedece el tipo de coloración característico de cada tipo de acero 316 se someten a fluorescencia de rayos X cada uno de estos teniendo como resultado lo siguiente:

Figura 42: Elementos presentes en la solución $\text{H}_2\text{SO}_4(1\text{N})+\text{NaCl}(250\text{ppm})$ probeta de acero 316 con adición de Ti.

| Sample ident | | | |
|--------------|----|----|-------|
| 11 | 1% | Ti | H2SO4 |

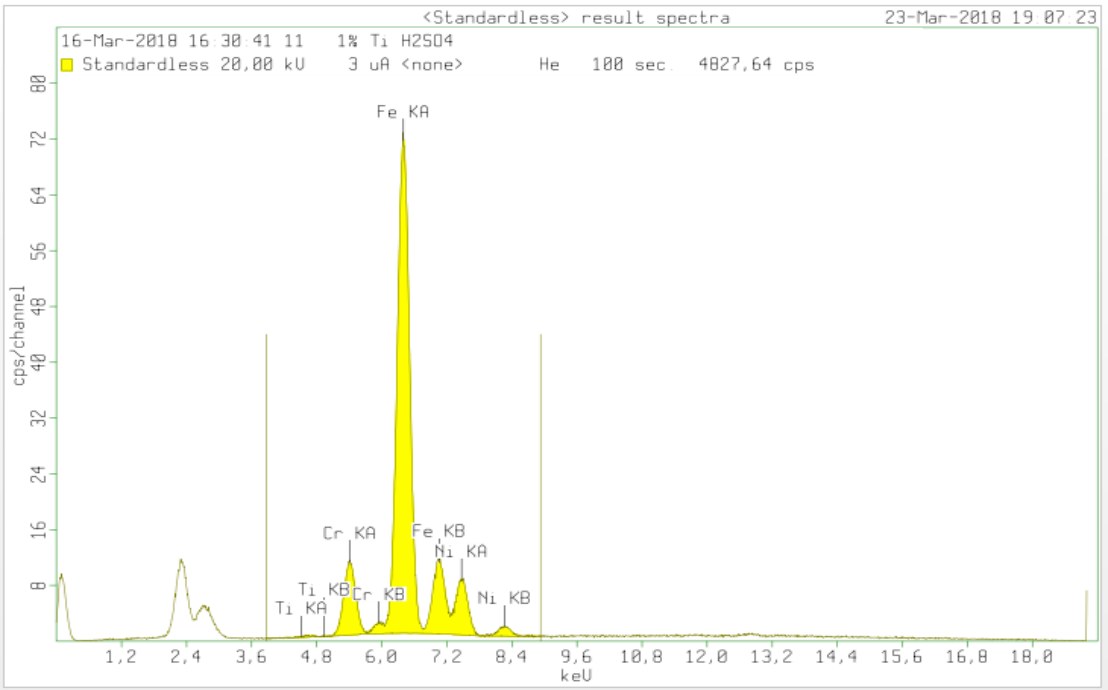
| | |
|------------------|----------------------|
| Application | <Standardless> |
| Sequence | 1 of 1 |
| Measurement time | 16-Mar-2018 16:30:41 |
| Position | 2 |

| Compound | Ti | Cr | Fe | Ni |
|----------|------|------|------|------|
| Conc | 0,00 | 6,09 | 77,3 | 16,6 |
| Unit | % | % | % | % |

Fuente: Elaboración propia.

Además de esto se presenta el espectro correspondiente para la solución acida evidenciando los picos para cada elemento hallado como soporte para la figura 42.

Figura 43: Espectro para solución H₂SO₄(1N)+NaCl(250ppm) probeta de acero 316 con adición de Ti.



Fuente: Elaboración propia.

Como se evidencia en la figura 43 el elemento que presenta mayor contenido dentro de la solución es el hierro con un 77,3% seguido de níquel con 16,6% y finalmente con presencia de cromo con un 6,09%. Teniendo en cuenta que la probeta de acero 316 con adición de Titanio presenta una coloración negra esto se le atribuye al desprendimiento de hierro en la solución junto con los demás elementos mencionados.

Figura 44: Elementos presentes en la solución H₂SO₄(1N)+NaCl(250ppm) probeta de acero 316 sin adiciones.

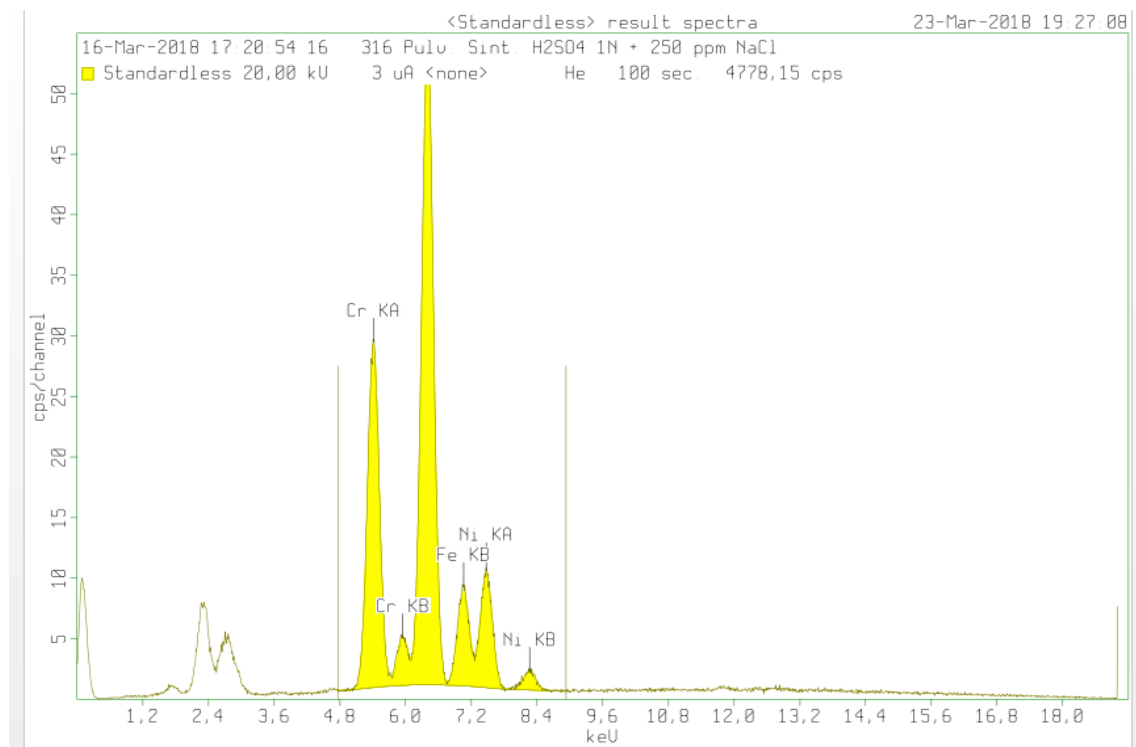
| Sample ident | | | |
|--------------|-----------------|-------------------------|--|
| 16 | 316 Pulv. Sint. | H2SO4 1N + 250 ppm NaCl | |

| | | | |
|------------------|----------------------|--|--|
| Application | <Standardless> | | |
| Sequence | 1 of 1 | | |
| Measurement time | 16-Mar-2018 17:20:54 | | |
| Position | 1 | | |

| | | | |
|----------|------|------|------|
| Compound | Cr | Fe | Ni |
| Conc | 19,2 | 62,6 | 18,2 |
| Unit | % | % | % |

Fuente: Elaboración propia.

Figura 45: Espectro para solución $\text{H}_2\text{SO}_4(1\text{N})+\text{NaCl}(250\text{ppm})$ probeta de acero 316 sin adiciones.



Fuente: Elaboración propia.

En la figura 45 se observa el espectro para la solución $\text{H}_2\text{SO}_4(1\text{N})+\text{NaCl}(250\text{ppm})$ presentado su pico más alto con un 62,6% de Hierro, seguido del elemento Cromo con 19,2% y finalmente un 18,2% de Níquel. A diferencia con el espectro de la figura 43, esta presenta un alto contenido de cromo y de níquel dándose a entender que para la probeta de acero 316 sin adiciones se presentó una pérdida de masa más considerable en el mismo tiempo de exposición.

Figura 46: Elementos presentes en la solución $\text{H}_2\text{SO}_4(1\text{N})+\text{NaCl}(250\text{ppm})$ probeta de acero 316 comercial.

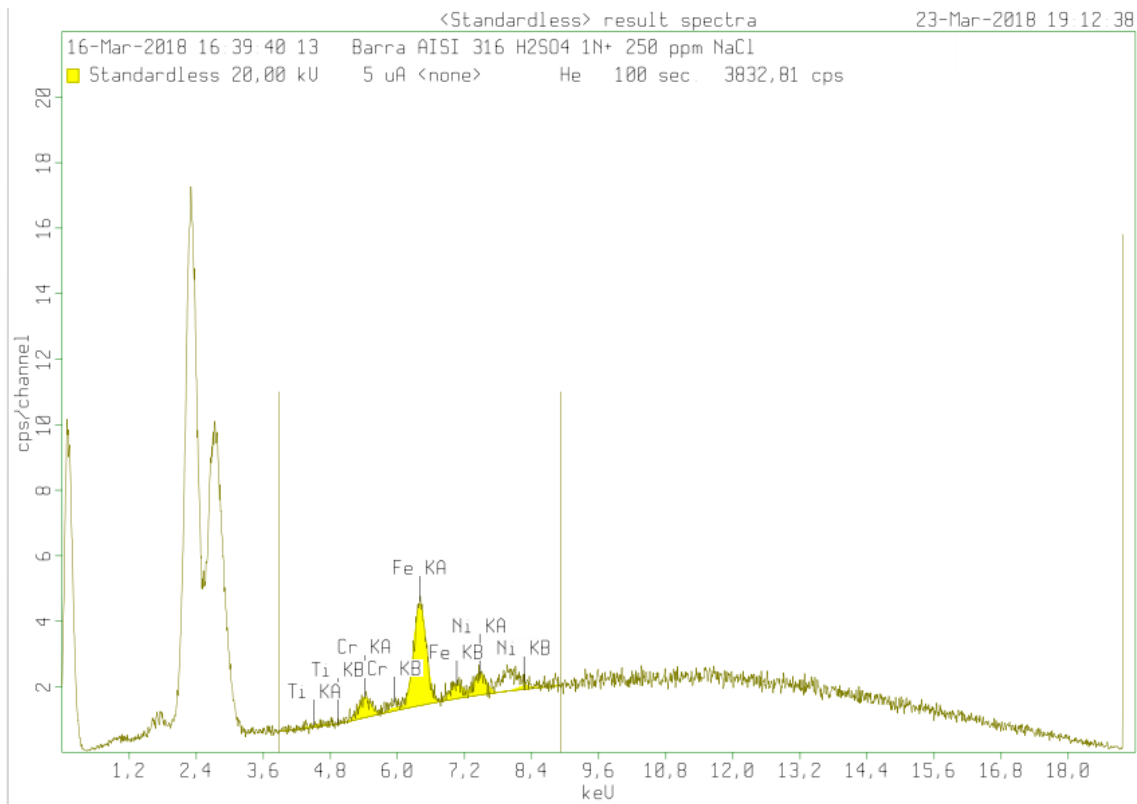
| Sample ident | |
|--------------|---------------------------------------|
| 13 | Barra AISI 316 H2SO4 1N+ 250 ppm NaCl |

| | |
|------------------|----------------------|
| Application | <Standardless> |
| Sequence | 1 of 1 |
| Measurement time | 16-Mar-2018 16:39:40 |
| Position | 1 |

| Compound | Ti | Cr | Fe | Ni |
|----------|-----|-----|----|----|
| Conc | 0,7 | 7,8 | 66 | 25 |
| Unit | % | % | % | % |

Fuente: Elaboración propia.

Figura 47: Espectro para solución $\text{H}_2\text{SO}_4(1\text{N})+\text{NaCl}(250\text{ppm})$ probeta de acero 316 comercial.

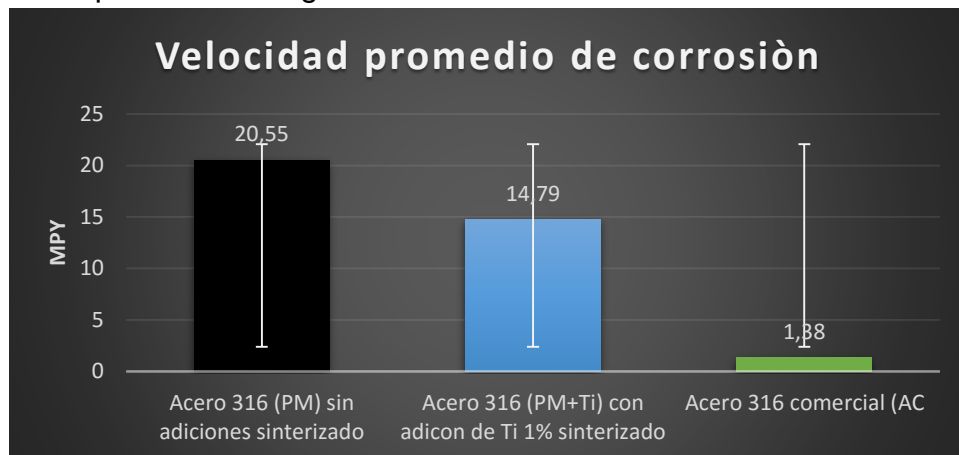


Fuente: Elaboración propia.

En la figura 47 se presenta el espectro típico para la solución acida a la cual se somete la probeta de acero 316 comercial, teniendo que resaltar a diferencia de los anteriores espectros que los picos son más reducidos, adicional a esto se logra detectar la presencia de Titanio con un 0,7%, seguido de Cromo con 7,8%, Níquel con 25% y finalmente 66% de Hierro; a diferencia de los espectros evidenciados para los aceros 316 pulvimetalúrgicos este presenta un cambio significativo en el contenido del elemento Níquel por encima con alrededor de un 10%. Cabe destacar que esta probeta de acero no presento cambios significativos en su aspecto físico y se presentó un cambio de coloración de color verdoso en la solución la cual se atribuye a los elementos encontrados en la misma.

Con el fin de comparar la velocidad de corrosión hallada para las diferentes probetas de acero 316 se presenta la gráfica 19:

Gráfica 19: Relación de velocidad promedio de corrosión para los diferentes tipos de acero 316 por el método gravimétrico.



Fuente: Elaboración propia.

En la gráfica 19 se observan los resultados obtenidos para la prueba de resistencia a la corrosión por el método gravimétrico sumergidas en la solución de $H_2SO_4(1N)+NaCl(250ppm)$, destacando el rendimiento del acero 316 comercial con una velocidad promedio de corrosión de 1,38 mpy seguida del acero 316 con adición de Titanio con 14,79 mpy y finalmente el acero 316 sin adiciones con 20,55 mpy. Adicional a esto se resalta que el acero 316 con adición de titanio nuevamente presenta una menor velocidad promedio de corrosión frente al acero 316 sin adiciones con una diferencia en mpy de 5,76 lo cual lo hace más óptimo frente a este tipo de solución acida.

6.6 ENSAYOS DE OXIDACIÓN A ALTAS TEMPERATURAS

Para este ensayo de oxidación a altas temperaturas se tuvieron en cuenta tres temperaturas de exposición ($400^{\circ}C$, $625^{\circ}C$ y $850^{\circ}C$), cada una de ellas completan un tiempo de exposición finalizando el proceso en 500 horas, tomando como referencia a 360 horas 3 muestras de los diferentes tipos de acero 316 denominadas Sensitizada. Cabe resaltar que en un intervalo de 72 horas o menos se realizaba la toma de pesos (mg) para cada tipo de probeta con el fin de determinar la ganancia de masa a cada temperatura.

6.6.1 Determinación de la resistencia a la oxidación a alta temperatura.

6.6.1.1 Ensayo de exposición al horno a $400^{\circ}C$.

Para este proceso se someten los tres tipos de acero 316 por un tiempo de 500 horas y se evidencian los datos tomados de peso en (g) para todas las temperaturas.

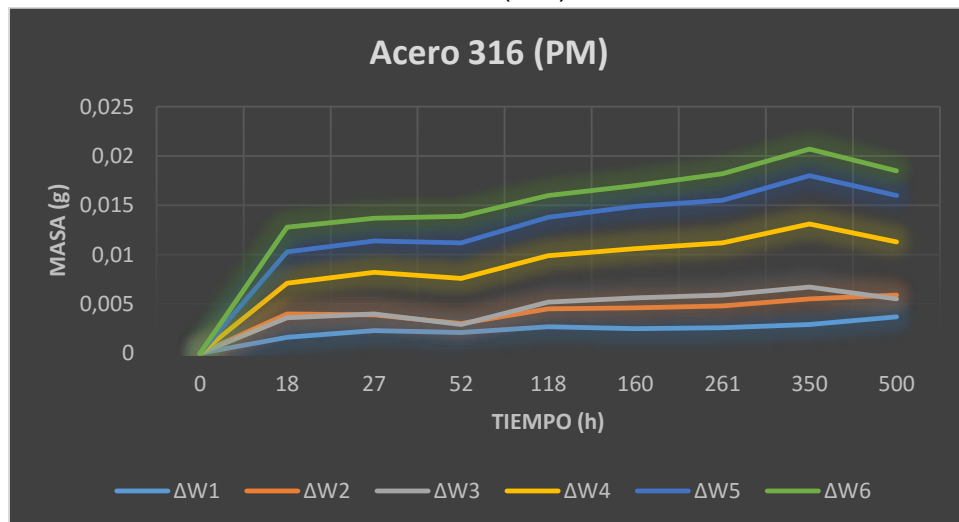
Tabla 20: Datos para cambio de masa muestras de acero 316 (PM) sin adiciones a 400°C

| OXIDACIÓN ALTAS TEMPERATURAS ACERO 316 (PM) SIN ADICIONES | | | | | | | | | | | | |
|---|--------|--------|--------|--------|--------|--------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| M1 | M2 | M3 | M4 | M5 | M6 | Tiempo | $\Delta W1$ | $\Delta W2$ | $\Delta W3$ | $\Delta W4$ | $\Delta W5$ | $\Delta W6$ |
| 1,7225 | 1,6863 | 1,7441 | 1,6808 | 1,6554 | 1,5627 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 1,7241 | 1,6887 | 1,7437 | 1,6843 | 1,6586 | 1,5652 | 18 | 0,0016 | 0,002 | -0,0004 | 0,004 | 0,0032 | 0,0025 |
| 1,7248 | 1,6879 | 1,7442 | 1,685 | 1,6586 | 1,565 | 27 | 0,0023 | 0,002 | 0,0001 | 0,004 | 0,0032 | 0,0023 |
| 1,7246 | 1,6872 | 1,744 | 1,6855 | 1,659 | 1,5654 | 52 | 0,0021 | 9E-04 | -1E-04 | 0,005 | 0,0036 | 0,0027 |
| 1,7252 | 1,6881 | 1,7448 | 1,6855 | 1,6593 | 1,5649 | 118 | 0,0027 | 0,002 | 0,0007 | 0,005 | 0,0039 | 0,0022 |
| 1,725 | 1,6884 | 1,7451 | 1,6858 | 1,6597 | 1,5648 | 160 | 0,0025 | 0,002 | 0,001 | 0,005 | 0,0043 | 0,0021 |
| 1,7251 | 1,6885 | 1,7452 | 1,6861 | 1,6597 | 1,5654 | 261 | 0,0026 | 0,002 | 0,0011 | 0,005 | 0,0043 | 0,0027 |
| 1,7254 | 1,6889 | 1,7453 | 1,6872 | 1,6603 | 1,5654 | 350 | 0,0029 | 0,003 | 0,0012 | 0,006 | 0,0049 | 0,0027 |
| 1,7262 | 1,6885 | 1,7437 | 1,6866 | 1,6601 | 1,5652 | 500 | 0,0037 | 0,002 | -0,0004 | 0,006 | 0,0047 | 0,0025 |

Fuente: Elaboración propia.

Con el fin de observar el comportamiento de cada muestra para el mismo acero, se evidencia la gráfica 20:

Gráfica 20: Oxidación a 400°C acero 316 (PM) sin adiciones.



Fuente: Elaboración propia.

Según la tabla 20, los datos obtenidos para cada muestra son recopilados en ella y se realiza un cálculo para cambio de masa según el tiempo transcurrido del ensayo; posteriormente se evidencia el grafico para el comportamiento de estas muestras analizando que cada una de ellas presenta un incremento leve en su masa dando paso a la formación de la capa de óxido. Esta capa puede formarse por la afinidad de los elementos presentes con el aire. En la caracterización de esta película de

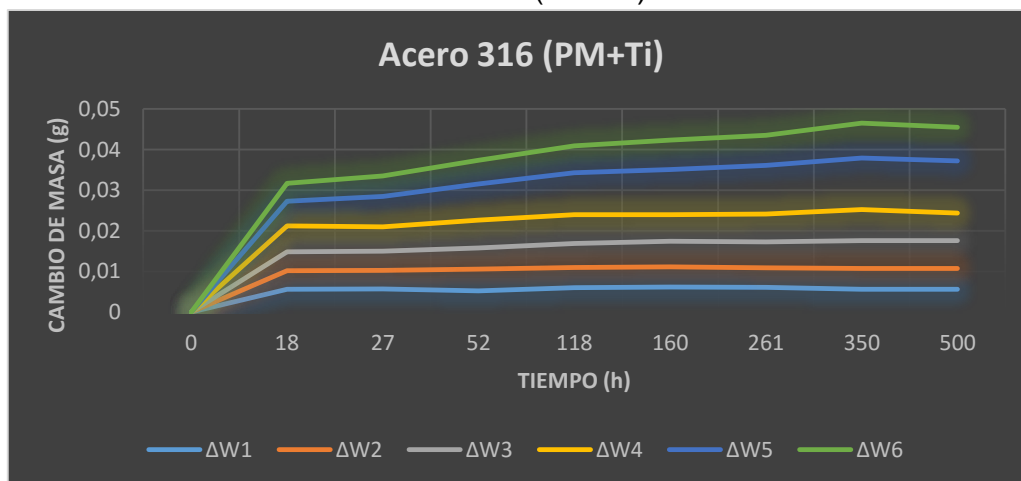
óxido no se incluye la composición química, se evaluó su comportamiento frente a la corrosión por el método electroquímico, espesor de capa y su microdureza como ensayos complementarios. En la tabla 21 se observa el comportamiento del acero 316 con Titanio

Tabla 21: Datos para cambio de masa muestras de Acero 316 (PM+Ti) con adición de Titanio 1% a 400°C

| OXIDACIÓN ALTAS TEMPERATURAS ACERO 316 (PM+Ti) CON ADICIÓN DE TITANIO 1% | | | | | | | | | | | | |
|--|--------|--------|--------|--------|--------|--------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| M1 | M2 | M3 | M4 | M5 | M6 | Tiempo | $\Delta W1$ | $\Delta W2$ | $\Delta W3$ | $\Delta W4$ | $\Delta W5$ | $\Delta W6$ |
| 1,7927 | 1,716 | 1,876 | 1,8101 | 1,7586 | 1,8528 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 1,7983 | 1,7206 | 1,8806 | 1,8165 | 1,7647 | 1,8572 | 18 | 0,0056 | 0,005 | 0,005 | 0,006 | 0,0061 | 0,0044 |
| 1,7984 | 1,7206 | 1,8807 | 1,8161 | 1,7661 | 1,8578 | 27 | 0,0057 | 0,005 | 0,005 | 0,006 | 0,0075 | 0,005 |
| 1,7979 | 1,7214 | 1,8812 | 1,8169 | 1,7675 | 1,8587 | 52 | 0,0052 | 0,005 | 0,005 | 0,007 | 0,0089 | 0,0059 |
| 1,7987 | 1,721 | 1,8819 | 1,8172 | 1,7689 | 1,8594 | 118 | 0,006 | 0,005 | 0,006 | 0,007 | 0,0103 | 0,0066 |
| 1,7989 | 1,7209 | 1,8823 | 1,8167 | 1,7697 | 1,860 | 160 | 0,0062 | 0,005 | 0,006 | 0,007 | 0,0111 | 0,0072 |
| 1,7988 | 1,7208 | 1,8824 | 1,8169 | 1,7706 | 1,8602 | 261 | 0,0061 | 0,005 | 0,006 | 0,007 | 0,012 | 0,0074 |
| 1,7983 | 1,7211 | 1,8829 | 1,8177 | 1,7713 | 1,8614 | 350 | 0,0056 | 0,005 | 0,007 | 0,008 | 0,0127 | 0,0086 |
| 1,7992 | 1,7211 | 1,8829 | 1,8169 | 1,7714 | 1,8611 | 500 | 0,0056 | 0,005 | 0,007 | 0,007 | 0,0128 | 0,0083 |

Fuente: Elaboración propia.

Gráfica 21: Oxidación a 400°C acero 316 (PM+Ti) con adición de Titanio.



Fuente: Elaboración propia.

Se observa en la gráfica 21 el crecimiento de la película de óxido para todas las muestras, con una característica particular de cada una que al llegar a un tiempo de exposición de 18 horas registra una ganancia de masa significativa para el proceso, manteniéndose ascendente las muestras 5 y 6 a diferencia de las demás que presentan un comportamiento casi lineal. Cabe resaltar que para este tipo de acero se presenta un aumento de masa mayor frente al expuesto en la gráfica 20.

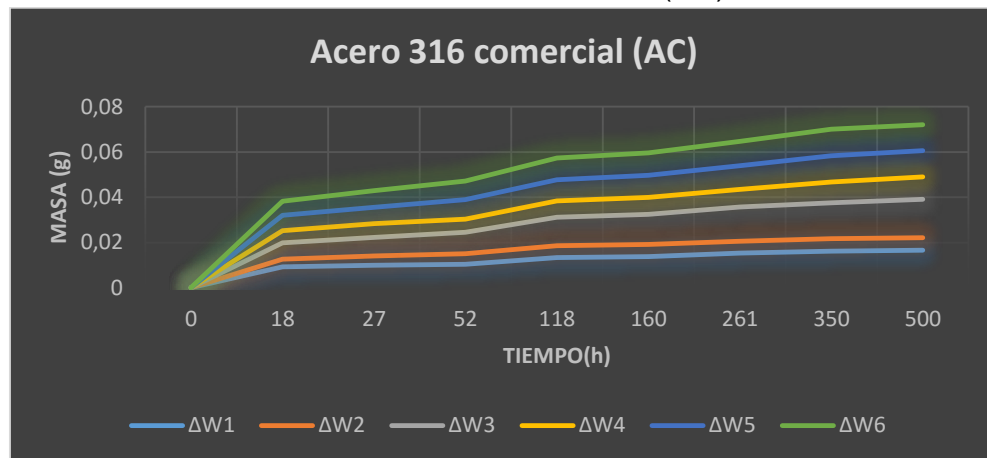
En la tabla 22 se observa el comportamiento del acero 316 comercial:

Tabla 22: Datos para cambio de masa muestras de Acero 316 comercial (AC)

| OXIDACIÓN ALTAS TEMPERATURAS ACERO 316 COMERCIAL (AC) | | | | | | | | | | | | |
|---|--------|--------|--------|--------|--------|--------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| M1 | M2 | M3 | M4 | M5 | M6 | Tiempo | $\Delta W1$ | $\Delta W2$ | $\Delta W3$ | $\Delta W4$ | $\Delta W5$ | $\Delta W6$ |
| 6,917 | 9,828 | 7,8792 | 5,8423 | 8,787 | 10,642 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 6,9262 | 9,8315 | 7,8864 | 5,8476 | 8,7938 | 10,648 | 18 | 0,0092 | 0,004 | 0,0072 | 0,005 | 0,0068 | 0,0063 |
| 6,9269 | 9,8322 | 7,8874 | 5,8483 | 8,7942 | 10,649 | 27 | 0,0099 | 0,004 | 0,0082 | 0,006 | 0,0072 | 0,0074 |
| 6,9274 | 9,8326 | 7,8887 | 5,8482 | 8,7956 | 10,650 | 52 | 0,0104 | 0,005 | 0,0095 | 0,006 | 0,0086 | 0,0082 |
| 6,9303 | 9,8333 | 7,8918 | 5,8495 | 8,7964 | 10,652 | 118 | 0,0133 | 0,005 | 0,0126 | 0,007 | 0,0094 | 0,0096 |
| 6,9308 | 9,8333 | 7,8926 | 5,8497 | 8,7968 | 10,652 | 160 | 0,0138 | 0,005 | 0,0134 | 0,007 | 0,0098 | 0,0099 |
| 6,9323 | 9,8333 | 7,8943 | 5,8501 | 8,7975 | 10,653 | 261 | 0,0153 | 0,005 | 0,0151 | 0,008 | 0,0105 | 0,0107 |
| 6,9332 | 9,8335 | 7,895 | 5,8515 | 8,7987 | 10,654 | 350 | 0,0162 | 0,006 | 0,0158 | 0,009 | 0,0117 | 0,0117 |
| 6,9336 | 9,8335 | 7,8962 | 5,8522 | 8,7986 | 10,654 | 500 | 0,0166 | 0,006 | 0,017 | 0,01 | 0,0116 | 0,0115 |

Fuente: Elaboración propia.

Gráfica 22: Oxidación a 400°C acero 316 comercial (AC).



Fuente: Elaboración propia.

En la gráfica 22 se puede observar como las muestras de acero 316 comercial al igual que las de acero 316 pulvimetalúrgicos presenta un aumento de masa considerable en cada muestra, resaltando que para este caso es más uniforme el aumento de masa lo cual se atribuye a la formación de la película de óxido para este acero. En general los tres tipos de acero 316 tienen la tendencia de ganar masa durante este proceso a la temperatura analizada.

6.6.1.2 Ensayo de exposición al horno a 625°C.

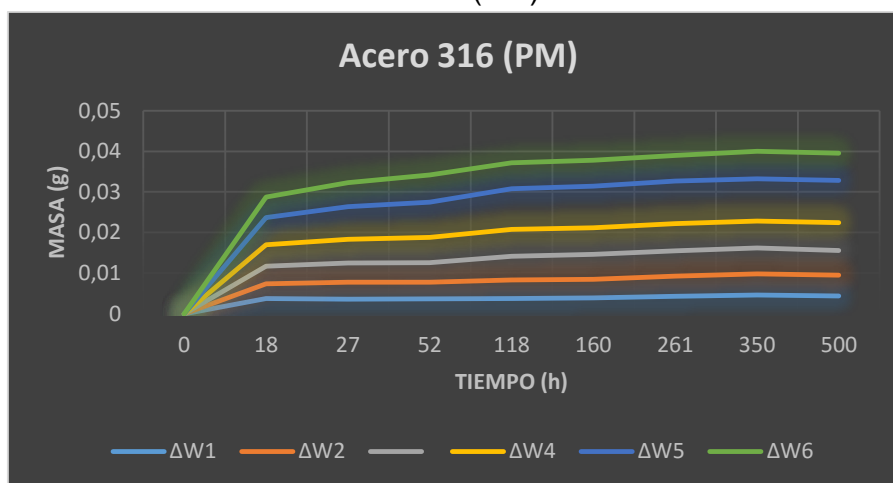
Para este caso se someten nuevamente probetas de acero 316 sinterizadas sin adiciones, con adición de Titanio y finalmente el acero 316 comercial. Los resultados se exponen en la tabla 23.

Tabla 23: Datos para cambio de masa muestras de Acero 316 (PM) sin adiciones a 625°C

| OXIDACIÓN A ALTAS TEMPERATURAS ACERO 316 (PM) SIN ADICIONES | | | | | | | | | | | | |
|---|--------|--------|--------|--------|--------|--------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| M1 | M2 | M3 | M4 | M5 | M6 | Tiempo | $\Delta W1$ | $\Delta W2$ | $\Delta W3$ | $\Delta W4$ | $\Delta W5$ | $\Delta W6$ |
| 1,2747 | 1,6482 | 1,5088 | 1,5702 | 1,6799 | 1,6591 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 1,2785 | 1,6518 | 1,5131 | 1,5755 | 1,6866 | 1,6641 | 18 | 0,0038 | 0,0036 | 0,0043 | 0,0053 | 0,0067 | 0,005 |
| 1,2783 | 1,6524 | 1,5135 | 1,576 | 1,688 | 1,665 | 27 | 0,0036 | 0,0042 | 0,0047 | 0,0058 | 0,0081 | 0,0059 |
| 1,2784 | 1,6523 | 1,5136 | 1,5764 | 1,6886 | 1,6658 | 52 | 0,0037 | 0,0041 | 0,0048 | 0,0062 | 0,0087 | 0,0067 |
| 1,2785 | 1,6527 | 1,5147 | 1,5768 | 1,6899 | 1,6655 | 118 | 0,0038 | 0,0045 | 0,0059 | 0,0066 | 0,01 | 0,0064 |
| 1,2786 | 1,6528 | 1,5149 | 1,5768 | 1,6901 | 1,6655 | 160 | 0,0039 | 0,0046 | 0,0061 | 0,0066 | 0,0102 | 0,0064 |
| 1,279 | 1,6532 | 1,515 | 1,5769 | 1,6904 | 1,6654 | 261 | 0,0043 | 0,005 | 0,0062 | 0,0067 | 0,0105 | 0,0063 |
| 1,2793 | 1,6534 | 1,5152 | 1,5768 | 1,6903 | 1,6659 | 350 | 0,0046 | 0,0052 | 0,0064 | 0,0066 | 0,0104 | 0,0068 |
| 1,2791 | 1,6533 | 1,5149 | 1,577 | 1,6901 | 1,6658 | 500 | 0,0044 | 0,0051 | 0,0061 | 0,0068 | 0,0102 | 0,0067 |

Fuente: Elaboración propia.

Gráfica 23: Oxidación a 625°C acero 316 (PM) sin adiciones.



Fuente: Elaboración propia.

En la gráfica 23 se pueden apreciar los datos que relacionan la diferencia entre la masa inicial de la probeta, y la masa obtenida transcurrido un tiempo determinado de exposición; evidenciando que estas presentan a la temperatura de 625°C una ganancia de masa entre 0,005g y 0,045g para todas las muestras respectivamente, cabe destacar que no presenta pérdidas o desprendimientos de partículas metálicas durante la exposición si no que toma un cambio de coloración de tono oscuro.

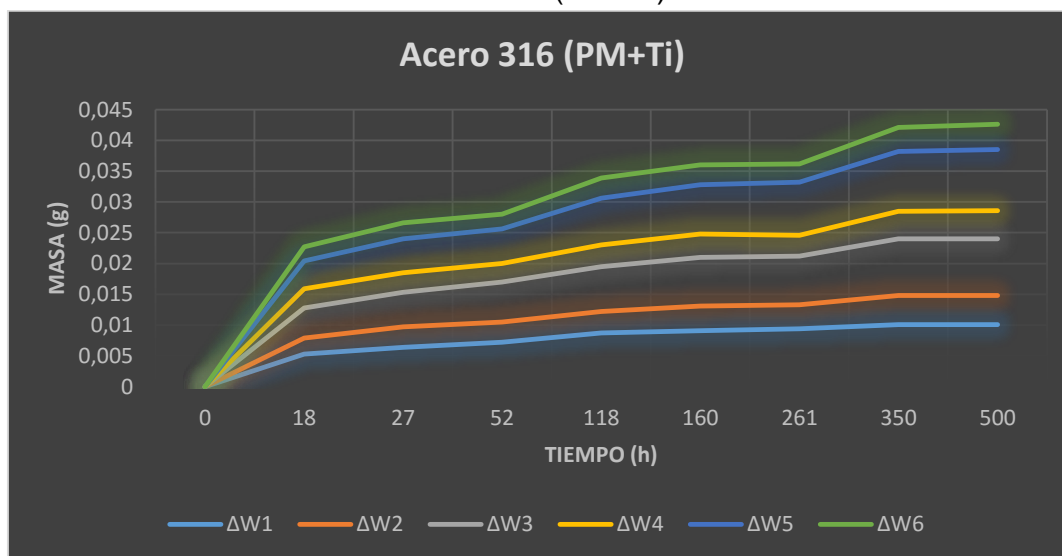
En la tabla 24 se pueden observar los datos obtenidos para las muestras de acero 316 (PM+Ti) con adición de Titanio 1% a la temperatura de 625°C.

Tabla 24: Datos para cambio de masa muestras de acero 316 (PM+Ti) con adición de Titanio 1% a 625°C

| OXIDACIÓN A ALTAS TEMPERATURAS ACERO 316 (PM+Ti) CON ADICIÓN DE TITANIO 1% | | | | | | | | | | | | |
|--|--------|--------|--------|--------|--------|--------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| M1 | M2 | M3 | M4 | M5 | M6 | Tiempo | $\Delta W1$ | $\Delta W2$ | $\Delta W3$ | $\Delta W4$ | $\Delta W5$ | $\Delta W6$ |
| 1,8764 | 1,8629 | 1,9227 | 1,8806 | 1,9294 | 1,877 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 1,8817 | 1,8655 | 1,9276 | 1,8837 | 1,9339 | 1,8793 | 18 | 0,0053 | 0,0026 | 0,0049 | 0,0031 | 0,0045 | 0,0023 |
| 1,8828 | 1,8662 | 1,9283 | 1,8838 | 1,9349 | 1,8796 | 27 | 0,0064 | 0,0033 | 0,0056 | 0,0032 | 0,0055 | 0,0026 |
| 1,8836 | 1,8662 | 1,9292 | 1,8836 | 1,935 | 1,8794 | 52 | 0,0072 | 0,0033 | 0,0065 | 0,003 | 0,0056 | 0,0024 |
| 1,8851 | 1,8664 | 1,930 | 1,8841 | 1,937 | 1,8803 | 118 | 0,0087 | 0,0035 | 0,0073 | 0,0035 | 0,0076 | 0,0033 |
| 1,8855 | 1,8669 | 1,9306 | 1,8844 | 1,9374 | 1,8802 | 160 | 0,0091 | 0,004 | 0,0079 | 0,0038 | 0,008 | 0,0032 |
| 1,8858 | 1,8668 | 1,9306 | 1,884 | 1,938 | 1,880 | 261 | 0,0094 | 0,0039 | 0,0079 | 0,0034 | 0,0086 | 0,003 |
| 1,8865 | 1,8676 | 1,9319 | 1,8851 | 1,9391 | 1,8809 | 350 | 0,0101 | 0,0047 | 0,0092 | 0,0045 | 0,0097 | 0,0039 |
| 1,8865 | 1,8676 | 1,9319 | 1,8852 | 1,9393 | 1,8811 | 500 | 0,0101 | 0,0047 | 0,0092 | 0,0046 | 0,0099 | 0,0041 |

Fuente: Elaboración propia.

Gráfica 24: Oxidación a 625°C acero 316 (PM+Ti).



Fuente: Elaboración propia.

Como se puede apreciar en la gráfica 24 el cambio de masa para las 6 muestras de acero 316 con adición de Titanio presenta un aumento de masa uniforme frente a este ensayo, teniendo intervalos de aumento de masa frente a la inicial de 0,003g a 0,045g. Lo anterior se debe a la formación de especies en la superficie en general de la probeta denominándose capa de óxido la cual puede influir de manera positiva o negativa en sus propiedades en general.

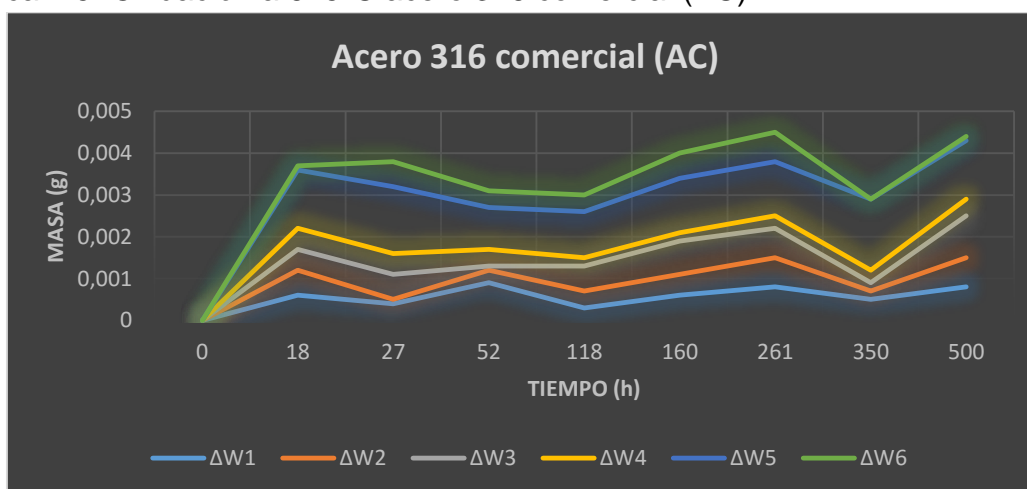
En la tabla 25 se puede evidenciar los datos recopilados para las muestras de acero 316 comercial a la temperatura en mención.

Tabla 25: Datos para cambio de masa muestras de acero 316 comercial (AC) a 625°C

| OXIDACIÓN A ALTAS TEMPERATURAS ACERO 316 COMERCIAL (AC) | | | | | | | | | | | | |
|---|---------|---------|--------|--------|--------|--------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| M1 | M2 | M3 | M4 | M5 | M6 | Tiempo | $\Delta W1$ | $\Delta W2$ | $\Delta W3$ | $\Delta W4$ | $\Delta W5$ | $\Delta W6$ |
| 8,042 | 10,5321 | 12,9286 | 7,7477 | 9,4648 | 6,8369 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 8,0426 | 10,5327 | 12,9291 | 7,7482 | 9,4662 | 6,837 | 18 | 0,0006 | 0,0006 | 0,0005 | 0,0005 | 0,0014 | 0,0001 |
| 8,0424 | 10,5322 | 12,9292 | 7,7482 | 9,4664 | 6,8375 | 27 | 0,0004 | 0,0001 | 0,0006 | 0,0005 | 0,0016 | 0,0006 |
| 8,0429 | 10,5324 | 12,9287 | 7,7481 | 9,4658 | 6,8373 | 52 | 0,0009 | 0,0003 | 0,0001 | 0,0004 | 0,001 | 0,0004 |
| 8,0423 | 10,5325 | 12,9292 | 7,7479 | 9,4659 | 6,8373 | 118 | 0,0003 | 0,0004 | 0,0006 | 0,0002 | 0,0011 | 0,0004 |
| 8,0426 | 10,5326 | 12,9294 | 7,7479 | 9,4661 | 6,8375 | 160 | 0,0006 | 0,0005 | 0,0008 | 0,0002 | 0,0013 | 0,0006 |
| 8,0428 | 10,5328 | 12,9293 | 7,748 | 9,4661 | 6,8376 | 261 | 0,0008 | 0,0007 | 0,0007 | 0,0003 | 0,0013 | 0,0007 |
| 8,0425 | 10,5323 | 12,9288 | 7,748 | 9,4665 | 6,8369 | 350 | 0,0005 | 0,0002 | 0,0002 | 0,0003 | 0,0017 | 0 |
| 8,0428 | 10,5328 | 12,9296 | 7,7481 | 9,4662 | 6,837 | 500 | 0,0008 | 0,0007 | 0,001 | 0,0004 | 0,0014 | 0,0001 |

Fuente: Elaboración propia.

Gráfica 25: Oxidación a 625°C acero 316 comercial (AC)



Fuente: Elaboración propia.

En la gráfica 25 se puede observar que las muestras de acero 316 comercial presentan un comportamiento diferente a las ya expuestas, si nos remitimos a la gráfica 22 donde presenta un aumento de masa ascendente a 400°C, estas muestras a 625°C tienden a formar picos altos y bajos en la región positiva, finalmente se evidencia un aumento de masa, pero no es lineal como se presentaba para la anterior temperatura. Cabe destacar que las probetas presentaron coloraciones en unas regiones de tonos oscuros y en otras de un color tornasol lo cual puede indicar una fatiga térmica del material debido al tiempo de exposición al que se somete. El intervalo para el aumento de masa en estas muestras fue de 0,0005g a 0,005g.

6.6.1.3 Ensayo de exposición al horno a 850°C

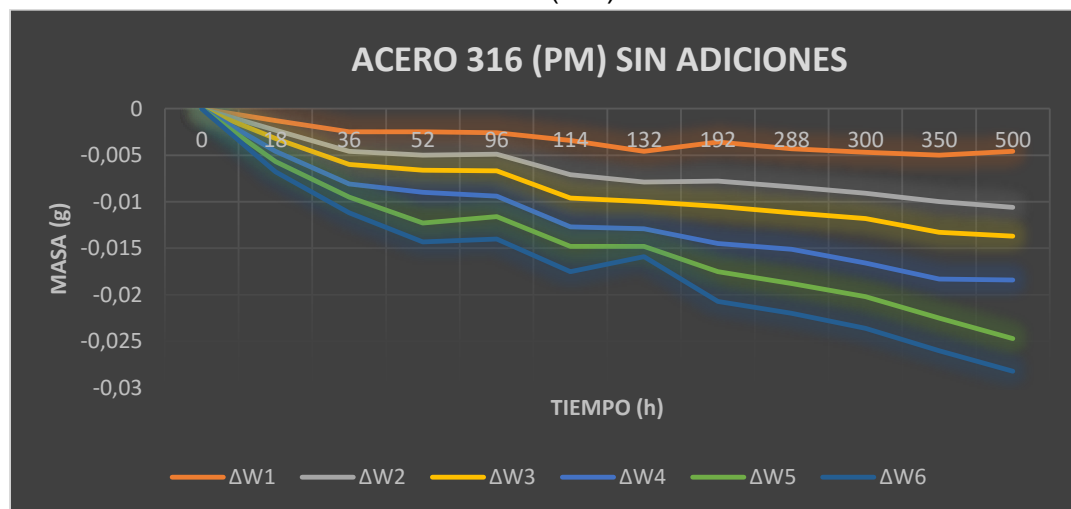
En la tabla 26 se pueden observar los datos tomados para las muestras de acero 316 (PM) sin adiciones:

Tabla 26: Datos para cambio de masa muestras de acero 316 (PM) sin adiciones a 850°C

| ACERO 316 (PM) SIN ADICIONES OXIDACIÓN ALTAS TEMPERATURAS | | | | | | | | | | | | |
|---|--------|--------|--------|--------|--------|--------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| M1 | M2 | M3 | M4 | M5 | M6 | Tiempo | $\Delta W1$ | $\Delta W2$ | $\Delta W3$ | $\Delta W4$ | $\Delta W5$ | $\Delta W6$ |
| 2,7417 | 2,7102 | 2,6594 | 2,740 | 2,7457 | 2,7567 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 2,7404 | 2,7092 | 2,6585 | 2,7386 | 2,7446 | 2,7556 | 18 | -0,0013 | -0,001 | -0,0009 | -0,001 | -0,0011 | -0,001 |
| 2,7392 | 2,7081 | 2,658 | 2,7379 | 2,7443 | 2,755 | 36 | -0,0025 | -0,0021 | -0,0014 | -0,002 | -0,0014 | -0,002 |
| 2,7392 | 2,7077 | 2,6578 | 2,7376 | 2,7424 | 2,7547 | 52 | -0,0025 | -0,0025 | -0,0016 | -0,002 | -0,0033 | -0,002 |
| 2,7391 | 2,7079 | 2,6576 | 2,7373 | 2,7435 | 2,7543 | 96 | -0,0026 | -0,0023 | -0,0018 | -0,003 | -0,0022 | -0,002 |
| 2,7383 | 2,7065 | 2,6569 | 2,7369 | 2,7436 | 2,754 | 114 | -0,0034 | -0,0037 | -0,0025 | -0,003 | -0,0021 | -0,003 |
| 2,7371 | 2,7069 | 2,6573 | 2,7371 | 2,7438 | 2,7556 | 132 | -0,0046 | -0,0033 | -0,0021 | -0,003 | -0,0019 | -0,001 |
| 2,7381 | 2,706 | 2,6567 | 2,736 | 2,7427 | 2,7535 | 192 | -0,0036 | -0,0042 | -0,0027 | -0,004 | -0,003 | -0,003 |
| 2,7374 | 2,7061 | 2,6566 | 2,7361 | 2,742 | 2,7535 | 288 | -0,0043 | -0,0041 | -0,0028 | -0,004 | -0,0037 | -0,003 |
| 2,737 | 2,7058 | 2,6567 | 2,7352 | 2,7421 | 2,7533 | 300 | -0,0047 | -0,0044 | -0,0027 | -0,005 | -0,0036 | -0,003 |
| 2,7367 | 2,7052 | 2,6561 | 2,735 | 2,7415 | 2,7532 | 350 | -0,005 | -0,005 | -0,0033 | -0,005 | -0,0042 | -0,004 |
| 2,7371 | 2,7042 | 2,6563 | 2,7353 | 2,7394 | 2,7532 | 500 | -0,0046 | -0,006 | -0,0031 | -0,005 | -0,0063 | -0,004 |

Fuente: Elaboración propia.

Gráfica 26: Oxidación a 850°C acero 316 (PM) sin adiciones.



Fuente: Elaboración propia.

En la gráfica 26 se puede apreciar el rendimiento de las muestras de acero 316 (PM) sin adiciones frente al ensayo de oxidación en un tiempo de 500 horas, resaltando que particularmente tenemos una pérdida de masa considerable y constante para todas las muestras de acero, con un intervalo de 0,005g a 0,03g lo

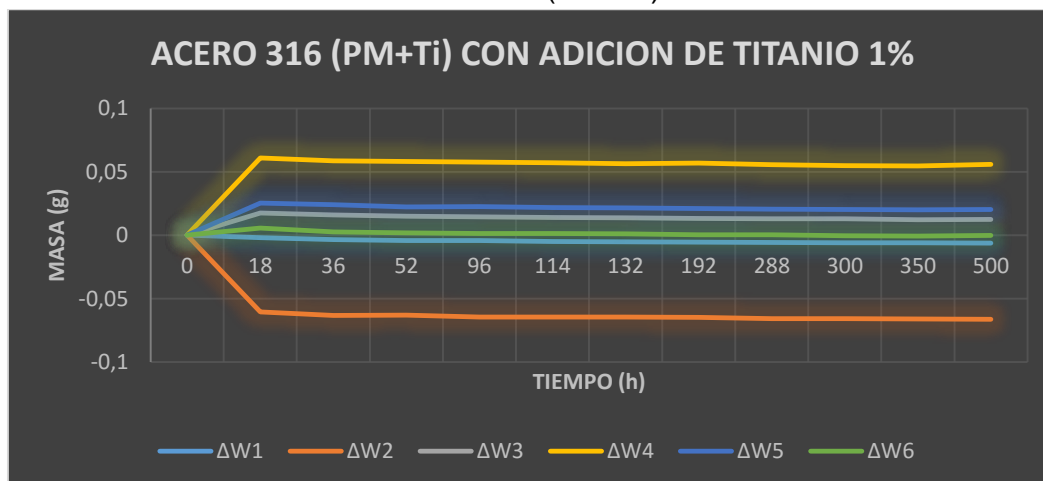
cual indica que las probetas pierden propiedades y se comienzan a deteriorar a esta temperatura, adicional a esto la coloración que presentan las muestras son más oscuras y en algunos casos existe desprendimiento de la película de óxido, por ende esta se forma pero no tiene adherencia en la superficie del metal dejándolo expuesto a una posible degradación interna del material desprendiendo así sus partículas metálicas. En la tabla 27 se observa el comportamiento para el acero 316 con adición de Titanio.

Tabla 27: Datos para cambio de masa acero 316 (PM+Ti) con adición de Titanio 1% a 850°C

| ACERO 316 (PM+Ti) CON ADICIÓN DE TITANIO 1% OXIDACIÓN ALTAS TEMPERATURAS | | | | | | | | | | | | |
|--|--------|--------|--------|--------|--------|--------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| M1 | M2 | M3 | M4 | M5 | M6 | Tiempo | $\Delta W1$ | $\Delta W2$ | $\Delta W3$ | $\Delta W4$ | $\Delta W5$ | $\Delta W6$ |
| 1,9249 | 1,9196 | 1,8625 | 1,8724 | 1,8918 | 1,8638 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 1,9228 | 1,8591 | 1,880 | 1,9334 | 1,917 | 1,8695 | 18 | -0,0021 | -0,0605 | 0,0175 | 0,061 | 0,0252 | 0,0057 |
| 1,9214 | 1,8563 | 1,8784 | 1,9309 | 1,9157 | 1,8663 | 36 | -0,0035 | -0,0633 | 0,0159 | 0,0585 | 0,0239 | 0,0025 |
| 1,9207 | 1,8565 | 1,8773 | 1,9305 | 1,9141 | 1,8657 | 52 | -0,0042 | -0,0631 | 0,0148 | 0,0581 | 0,0223 | 0,0019 |
| 1,9206 | 1,8551 | 1,8768 | 1,9299 | 1,9142 | 1,8652 | 96 | -0,0043 | -0,0645 | 0,0143 | 0,0575 | 0,0224 | 0,0014 |
| 1,9199 | 1,855 | 1,8763 | 1,9294 | 1,9135 | 1,865 | 114 | -0,005 | -0,0646 | 0,0138 | 0,057 | 0,0217 | 0,0012 |
| 1,9196 | 1,8549 | 1,8762 | 1,9287 | 1,9133 | 1,8648 | 132 | -0,0053 | -0,0647 | 0,0137 | 0,0563 | 0,0215 | 0,001 |
| 1,9193 | 1,8547 | 1,8756 | 1,9293 | 1,9127 | 1,864 | 192 | -0,0056 | -0,0649 | 0,0131 | 0,0569 | 0,0209 | 0,0002 |
| 1,9191 | 1,8537 | 1,8753 | 1,9279 | 1,9124 | 1,864 | 288 | -0,0058 | -0,0659 | 0,0128 | 0,0555 | 0,0206 | 0,0002 |
| 1,9188 | 1,8537 | 1,8753 | 1,9273 | 1,9119 | 1,8632 | 300 | -0,0061 | -0,0659 | 0,0128 | 0,0549 | 0,0201 | -6E-04 |
| 1,9189 | 1,8535 | 1,8747 | 1,927 | 1,9117 | 1,863 | 350 | -0,006 | -0,0661 | 0,0122 | 0,0546 | 0,0199 | -8E-04 |
| 1,9187 | 1,8533 | 1,8749 | 1,9283 | 1,9121 | 1,8635 | 500 | -0,0062 | -0,0663 | 0,0124 | 0,0559 | 0,0203 | -3E-04 |

Fuente: Elaboración propia.

Gráfica 27: Oxidación a 850°C acero 316 (PM+Ti)



Fuente: Elaboración propia.

En la gráfica 27 se puede evidenciar que para el caso de la muestra 2 esta presenta una pérdida de masa alrededor de 0,06g, destacando que para las muestras restantes estas tienen a ganar masa durante todo el tiempo de exposición, lo cual indica que las propiedades de resistencia a la oxidación a altas temperaturas se mantienen a 850°C tomando un promedio de masa en aumento hasta de un 0,055g resaltando que es constante su comportamiento y se caracteriza por no tener desprendimientos de la película de óxido durante la toma de pesos a diferencia del acero 316 sin adiciones. Se podría decir que la adición de titanio mejora el rendimiento del acero 316 pulvimetalúrgico ante estas condiciones aportando al material una buena adherencia por parte la película de óxido en la superficie del metal la cual según la teoría lo protege ante ambientes agresivos mejorando algunas de sus propiedades. En la tabla 28 se observa el comportamiento del acero 316 comercial:

Tabla 28: Datos para cambio de masa acero 316 comercial (AC)

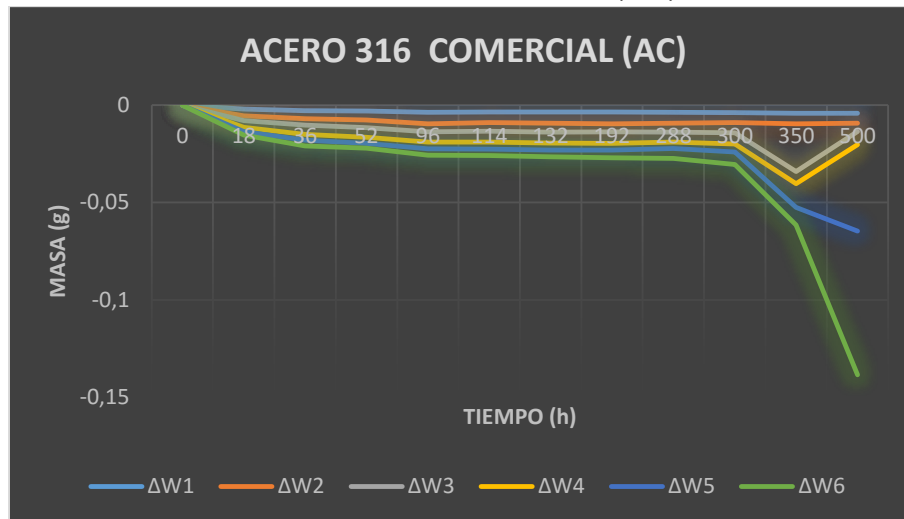
| ACERO 316 COMERCIAL (AC) | | | | | | | | | | | | |
|--------------------------|--------|---------|--------|--------|--------|--------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|-------------|
| M1 | M2 | M3 | M4 | M5 | M6 | Tiempo | $\Delta W1$ | $\Delta W2$ | $\Delta W3$ | $\Delta W4$ | $\Delta W5$ | $\Delta W6$ |
| 7,0214 | 9,0146 | 10,3643 | 9,2572 | 8,248 | 9,2596 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 |
| 7,0193 | 9,0112 | 10,3619 | 9,2537 | 8,2459 | 9,2577 | 18 | -0,0021 | -0,0034 | -0,0024 | -0,004 | -0,0021 | -0,002 |
| 7,0186 | 9,0105 | 10,3609 | 9,2524 | 8,2451 | 9,2566 | 36 | -0,0028 | -0,0041 | -0,0034 | -0,005 | -0,0029 | -0,003 |
| 7,0184 | 9,0099 | 10,3605 | 9,2522 | 8,2449 | 9,2571 | 52 | -0,003 | -0,0047 | -0,0038 | -0,005 | -0,0031 | -0,003 |
| 7,0177 | 9,0087 | 10,3602 | 9,2519 | 8,2446 | 9,2563 | 96 | -0,0037 | -0,0059 | -0,0041 | -0,005 | -0,0034 | -0,003 |
| 7,0179 | 9,0091 | 10,3599 | 9,2516 | 8,2444 | 9,2563 | 114 | -0,0035 | -0,0055 | -0,0044 | -0,006 | -0,0036 | -0,003 |
| 7,0178 | 9,009 | 10,3597 | 9,2515 | 8,2444 | 9,2562 | 132 | -0,0036 | -0,0056 | -0,0046 | -0,006 | -0,0036 | -0,003 |
| 7,0179 | 9,0085 | 10,3602 | 9,2513 | 8,2445 | 9,2557 | 192 | -0,0035 | -0,0061 | -0,0041 | -0,006 | -0,0035 | -0,004 |
| 7,0177 | 9,009 | 10,3598 | 9,252 | 8,2448 | 9,2544 | 288 | -0,0037 | -0,0056 | -0,0045 | -0,005 | -0,0032 | -0,005 |
| 7,0176 | 9,0094 | 10,3591 | 9,2514 | 8,244 | 9,2532 | 300 | -0,0038 | -0,0052 | -0,0052 | -0,006 | -0,004 | -0,006 |
| 7,0173 | 9,0091 | 10,3398 | 9,251 | 8,2358 | 9,2506 | 350 | -0,0041 | -0,0055 | -0,0245 | -0,006 | -0,0122 | -0,009 |
| 7,0172 | 9,0095 | 10,3601 | 9,2504 | 8,2037 | 9,1858 | 500 | -0,0042 | -0,0051 | -0,0042 | -0,007 | -0,0443 | -0,074 |

Fuente: Elaboración propia.

En la tabla 28 se pueden observar los datos tomados de masa para las muestras de acero 316 comercial, aclarando que para la ayuda de la toma de los mismos se apagaba la mufla hasta llegar a la temperatura ambiente para así poder manipular las muestras; debido a ello este acero presenta un rendimiento de manera descendente ya que se sometía a ciclos térmicos en intervalos de tiempos cortos lo cual se traduce a una fatiga térmica.

En la gráfica 28 se realizan las respectivas curvas para observar y analizar el comportamiento de estas muestras afirmando lo anterior:

Gráfica 28: Oxidación a 850°C acero 316 comercial (AC)



Fuente: Elaboración propia.

Según la gráfica 28 el comportamiento de las muestras de acero 316 comercial es de manera descendente, lo que significa que no presenta un aumento de masa si no que por el contrario la superficie del material se degrada de tal forma que pierde propiedades iniciales debido a la fatiga térmica a la cual se somete el material en la toma de datos, aclarando que para los tres tipos de acero se realiza el mismo procedimiento descrito anteriormente cabe entonces resaltar el rendimiento del acero 316 con adición de titanio ya que frente a las 3 temperaturas a las que se sometieron las muestras de este presenta un aumento de masa. Respecto al acero 316 sin adiciones se comporta de manera óptima para la temperatura de 400°C como se evidencia en la gráfica 20 este tiende a aumentar su masa dando paso a la formación de la película de óxido, frente a la temperatura de 625°C véase gráfica 24, en donde tiene un rendimiento similar y que su masa es ascendente destacando que presenta una coloración oscura en su aspecto físico, y finalmente a la temperatura de 850°C en la gráfica 26 este tiene un rendimiento totalmente opuesto, presenta una pérdida de masa descendente y desprendimiento de la película de óxido con caída de partículas metálicas.

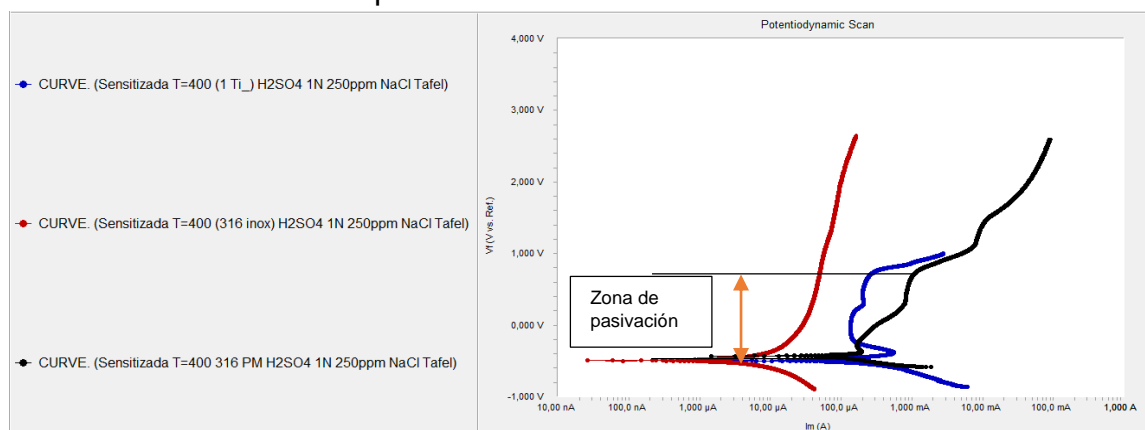
Para poder caracterizar la película de óxido generada a dichas temperaturas en las diferentes muestras de acero 316, estas fueron sometidas a ensayos complementarios con el fin de determinar algunas de las propiedades para las cuales se vean afectadas por el ensayo en mención y así poder comparar su rendimiento. Para el caso de las pruebas electroquímicas se evidencian las tres curvas promedio típicas Tafel para cada muestra con su velocidad de corrosión, medidas de la capa de óxido generada en la superficie y finalmente resultados de microdureza en la escala Vickers.

Para el caso de las pruebas electroquímicas se toman como referencia dos tipos de muestras, sensibilizadas 360 horas y oxidadas 500 horas; lo anterior se evidencia a continuación:

6.6.1.4 Ensayos complementarios de resistencia a la corrosión por el método electroquímico, espesor de capa de óxido y microdureza.

- Curvas típicas Tafel para los diferentes tipos de acero 316 sensibilizadas 360 horas a 400°C.

Gráfica 29: Curvas Tafel para aceros 316 sensibilizados 360 h a 400°C



Fuente: Elaboración propia.

Tabla 29: Resultados de curvas típicas Tafel para las diferentes muestras de acero 316 sensibilizados 360 horas a 400°C

| Resultados grafica Tafel en solución ácida $H_2SO_4(1N)+NaCl(250ppm)$ para aceros 316 sensibilizados 360 horas | | | | |
|--|----------------------|-----------------------|------------|---------------------------------------|
| Nombre de muestras | B.anodica (V/década) | B.catodica (V/década) | Ecorr (mV) | Velocidad promedio de corrosión (mpy) |
| -Acero 316 (PM) sin adiciones sensibilizado 360horas | 154,6E-3 | 136,6E-3 | -191 | 146,78 |
| -Acero 316 (PM+Ti) con adición de Ti 1% sensibilizado 360 horas | 56,328E-3 | 82,61E-3 | -355 | 111,53 |
| -Acero 316 comercial (AC) sensibilizado 360 horas | 187,6E-3 | 404,8E-3 | -498,2 | 18,25 |

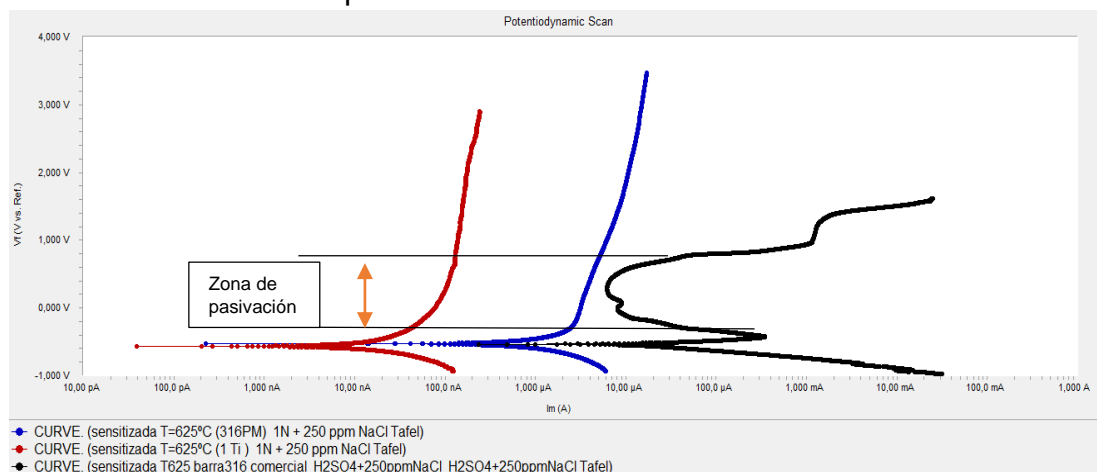
Fuente: Elaboración propia.

Como se evidencia en la tabla 29 el comportamiento frente a la velocidad de corrosión promedio de los diferentes aceros 316, siendo entonces los aceros

pulvimetalúrgicos los que presentan la mayor velocidad de corrosión entre 146,78 mpy, y 111,53 mpy. Resaltando el desempeño frente a esta propiedad del acero 316 comercial con 18,25 mpy, lo que lleva a deducir que en los aceros pulvimetalúrgicos se genera el fenómeno de sensitización dando paso a la formación de carburos de cromo, bajando el contenido de este elemento y así dejar vulnerable el acero a esta propiedad de resistencia a la corrosión. El análisis es similar para las siguientes temperaturas.

- Curvas típicas Tafel para los diferentes tipos de acero 316 sensitizados 360 horas a 625°C.

Gráfica 30: Curvas Tafel para aceros 316 sensitizados 360 horas a 625°C



Fuente: Elaboración propia.

Tabla 30: Resultados de curvas típicas Tafel para las diferentes muestras de acero 316 sensitizados 360 horas a 625°C

| Resultados grafica Tafel en solución ácida $H_2SO_4(1N)+NaCl(250ppm)$ para aceros 316 sensitizados 360 horas | | | | |
|--|----------------------|-----------------------|------------|---------------------------------------|
| Nombre muestra | B.anodica (V/década) | B.catodica (V/década) | Ecorr (mV) | Velocidad promedio de corrosión (mpy) |
| -Acero 316 (PM) sin adiciones sensitizado 360horas | 178E-3 | 323E-3 | -533 | 1,578 |
| -Acero 316 (PM+Ti) con adición de Ti 1% sensitizado 360 horas | 194E-3 | 359,8E-3 | -539 | 0,04043 |
| -Acero 316 comercial (AC) sensitizado 360 horas | 101,3E-3 | 99,46E-3 | -572,2 | 30,89 |

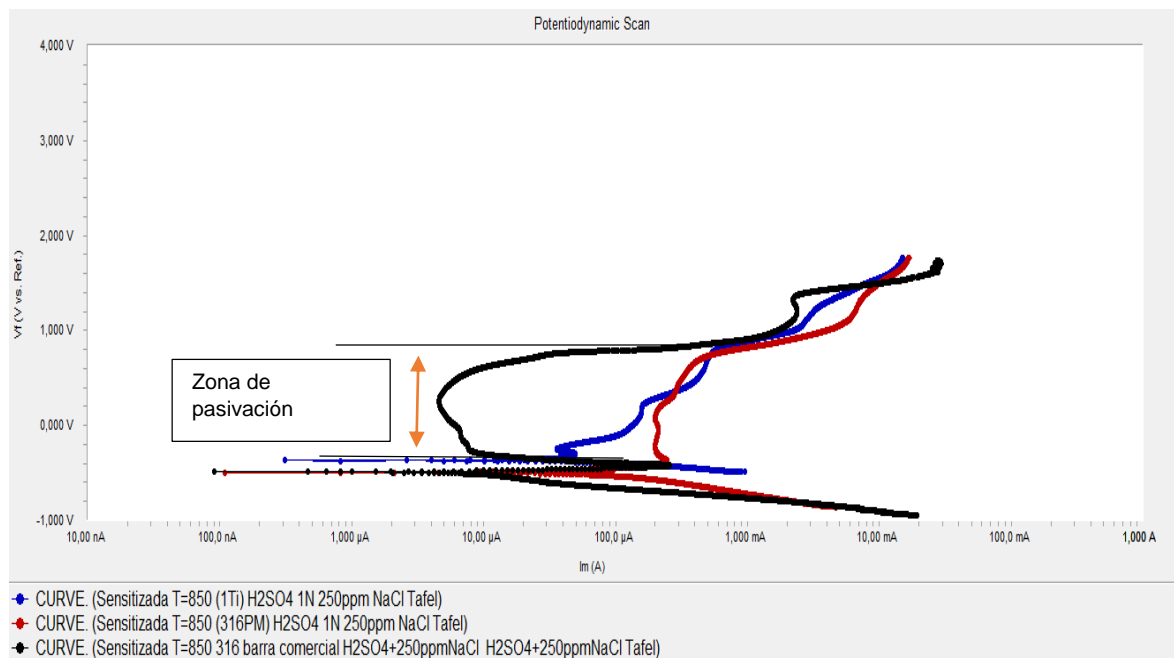
Fuente: Elaboración propia.

Como se observa en la tabla 30 los resultados para las curvas Tafel se obtuvieron datos pequeños de velocidad de corrosión para los aceros 316 pulvimetalúrgicos, destacando que el acero 316 con adición de titanio tiene un valor de 0,04043 mpy lo que lo hace óptimo para su desempeño a esta temperatura frente ambientes agresivos, de igual forma el acero 316 sin adiciones presenta una velocidad de corrosión de 1,578 mpy.

Esto se puede atribuir a la formación de la película de óxido en la superficie del metal, protegiéndolo contra el fenómeno de sensitización, teniendo entonces una adherencia optima de esta capa en el mismo; volviendo el material resistente frente a la corrosión en esta solución acida a dicha temperatura. El acero 316 comercial por el contrario pierde resistencia a la corrosión al llegar a un valor de 30,89 mpy.

- Curvas típicas Tafel para los diferentes tipos de acero 316 sensitizados 360 horas a 850°C.

Gráfica 31: Curvas Tafel acero 316 sensitizados 360 horas a 850°C.



Fuente: Elaboración propia.

Como se puede apreciar en la gráfica 31 las curvas prestan pasivación para los tres tipos de acero 316, las tres terminan en el mismo voltaje 2mV e intentan presentar una zona de transpasivación que es donde el metal tiende a generar una película protectora contra la corrosión, pero esta es traspasada por la corriente aplicada en la prueba y el voltaje.

Tabla 31: Resultados de curvas típicas Tafel para las diferentes muestras de acero 316 sensitizados 360 horas a 850°C

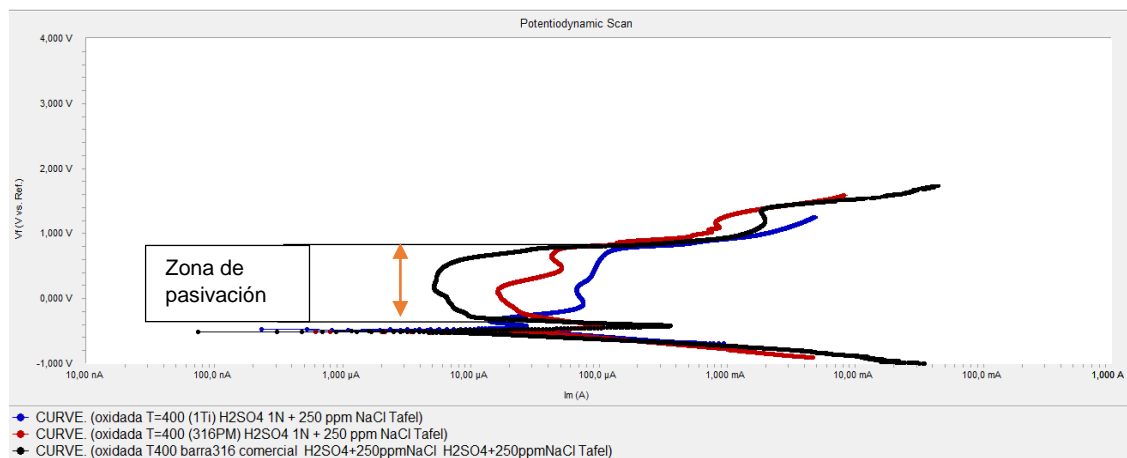
| Resultados grafica Tafel en solución ácida H ₂ SO ₄ (1N)+NaCl(250ppm) para aceros 316 sensitizados 360 horas | | | | |
|--|----------------------|-----------------------|------------|---------------------------------------|
| -Acero 316 (PM) sin adiciones sensitizado 360horas | B.anodica (V/década) | B.catodica (V/década) | Ecorr (mV) | Velocidad promedio de corrosión (mpy) |
| | 148,1E-3 | 223,3E-3 | -464,2 | 145,5 |
| -Acero 316 (PM+Ti) con adición de Ti 1% sensitizado 360 horas | 36,35E-3 | 269,9E-3 | -98,99 | 32,62 |
| -Acero 316 comercial (AC) sensitizado 360 horas | 129,5E-3 | 254,3E-3 | -463,5 | 35,21 |

Fuente: Elaboración propia

En la tabla 31 se pueden observar los datos obtenidos de velocidad de corrosión para cada tipo de acero 316, donde el que presenta menor velocidad es el acero 316 con adición de Titanio con un valor de 32,62mpy, seguido del acero 316 comercial con 35,21mpy y finalmente con un valor elevado el acero 316 sin adiciones con 145,5mpy. Esto corrobora el desprendimiento de la capa de óxido típica de estas muestras al tiempo de realizar la toma de datos, en algunos casos se notaban partículas metálicas. Siguiendo con lo estipulado en el numeral 6,8 se evidencian entonces las pruebas electroquímicas para las muestras de acero 316 denominadas oxidadas 500 horas para cada temperatura como ensayos complementarios.

- Curvas típicas Tafel para los diferentes tipos de acero 316 oxidadas 500 horas a 400°C.

Gráfica 32: Curvas Tafel acero 316 Oxidadas 500 horas a 400°C.



Fuente: Elaboración propia.

Tabla 32: Resultados de curvas típicas Tafel para las diferentes muestras de acero 316 oxidada 500 horas a 400°C

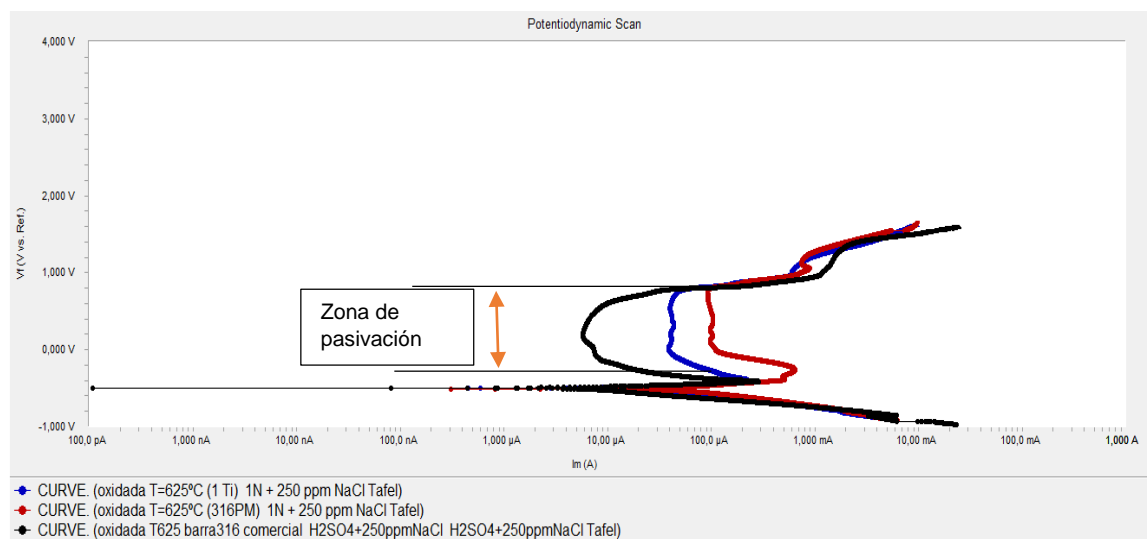
| Resultados grafica Tafel en solución ácida H ₂ SO ₄ (1N)+NaCl(250ppm) para aceros 316 oxidado 500 horas | | | | |
|---|----------------------|-----------------------|------------|---------------------------------------|
| -Acero 316 (PM) sin adiciones sensitizado 360horas | B.anodica (V/década) | B.catodica (V/década) | Ecorr (mV) | Velocidad promedio de corrosión (mpy) |
| | 173,5E-3 | 176,4E-3 | -509,4 | 115,5 |
| -Acero 316 (PM+Ti) con adición de Ti 1% sensitizado 360 horas | 88,595E-3 | 367,3E-3 | -291,7 | 25,52 |
| -Acero 316 comercial (AC) sensitizado 360 horas | 247,1E-3 | 544,8E-3 | -478,1 | 15,87 |

Fuente: Elaboración propia.

Como se evidencia en la tabla 32 el acero 316 comercial presenta la menor velocidad de corrosión con un valor de 15,87mpy seguido del acero 316 con adición de Titanio con 25,52 y finalmente el acero 316 sin adiciones con 115,52mpy. Frente a este ultimo la velocidad de corrosión es muy alta en comparación a sus contramuestras esto se atribuye a que el acero entro a la etapa de sensitización bajando así su contenido de cromo formando entonces carburos de cromo; en general pierde la propiedad de ser inoxidable.

- Curvas típicas Tafel para los diferentes tipos de acero 316 oxidadas 500 horas a 625°C.

Gráfica 33: Curvas Tafel acero 316 Oxidadas 500 horas a 625°C



Fuente: Elaboración propia.

Tabla 33: Resultados de curvas típicas Tafel para las diferentes muestras de acero 316 oxidada 500 horas a 625°C.

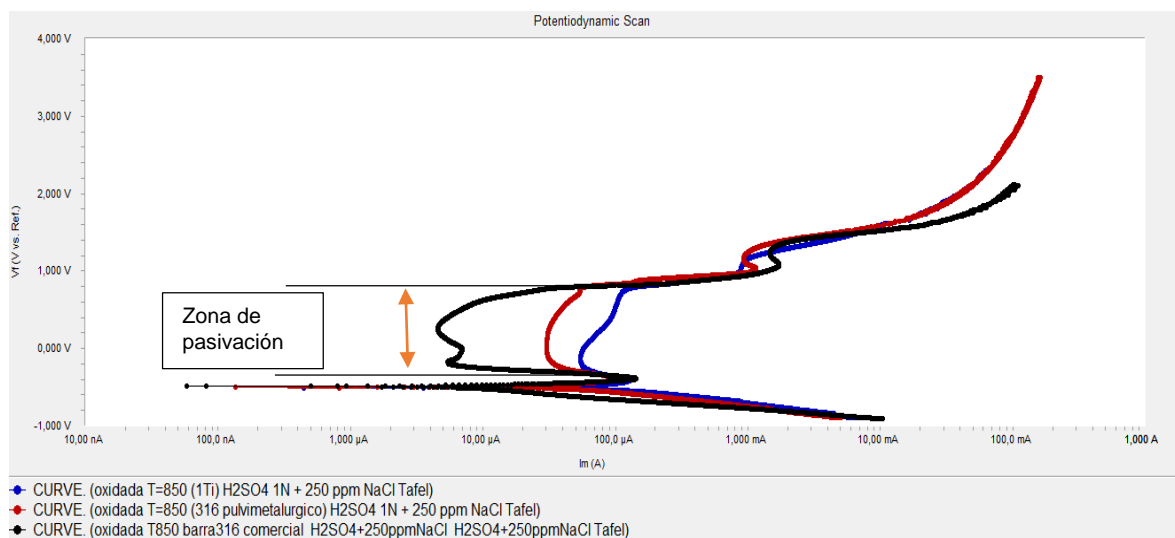
| Resultados grafica Tafel en solución ácida H ₂ SO ₄ (1N)+NaCl(250ppm) para aceros 316 oxidado 500 horas | | | | |
|---|----------------------|-----------------------|------------|---------------------------------------|
| -Acero 316 (PM) sin adiciones sensitizado 360horas | B.anodica (V/década) | B.catodica (V/década) | Ecorr (mV) | Velocidad promedio de corrosión (mpy) |
| | 155,8E-3 | 92,91E-3 | -511,9 | 127,7 |
| -Acero 316 (PM+Ti) con adición de Ti 1% sensitizado 360 horas | 142,8E-3 | 123,4E-3 | -498,7 | 75,25 |
| -Acero 316 comercial (AC) sensitizado 360 horas | 61,02E-3 | 110E-3 | -566,3 | 23,48 |

Fuente: Elaboración propia.

En la tabla 33 se evidencia los datos de velocidad promedio de corrosión, donde el acero 316 comercial tienen el menor valor de 23,48mpy seguido del acero 316 con adición de Titanio con 75,25mpy y finalmente e el acero 316 sin adiciones con 127,7mpy. Claramente al terminar el tiempo total del ensayo los materiales hasta el momento van perdiendo características frente a la resistencia a la corrosión, estos valores son de una gran magnitud causando un daño inminente en la matriz metálica del acero.

- Curvas típicas Tafel para los diferentes tipos de acero 316 oxidadas 500 horas a 850°C

Gráfica 34: Curvas Tafel acero 316 Oxidadas 500 horas a 850°C



Fuente: Elaboración propia.

Tabla 34: Resultados de curvas típicas Tafel para las diferentes muestras de acero 316 oxidada 500 horas a 850°C.

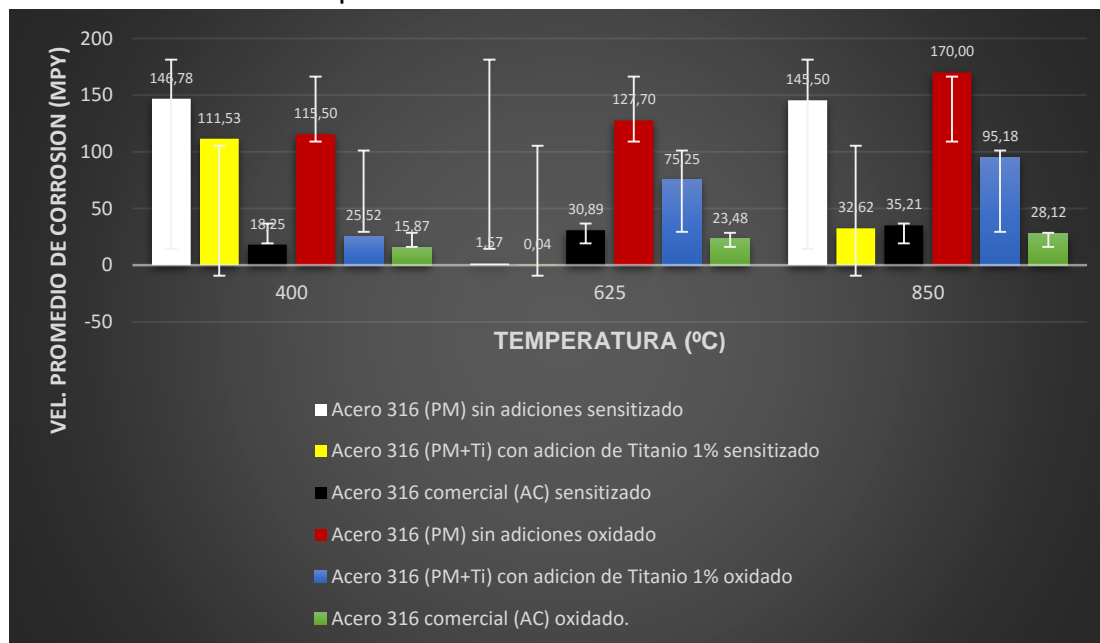
| Resultados grafica Tafel en solución ácida H ₂ SO ₄ (1N)+NaCl(250ppm) para aceros 316 oxidado 500 horas | | | | |
|---|----------------------|-----------------------|------------|---------------------------------------|
| -Acero 316 (PM) sin adiciones sensitizado 360horas | B.anodica (V/década) | B.catodica (V/década) | Ecorr (mV) | Velocidad promedio de corrosión (mpy) |
| | 155,8E-3 | 92,91E-3 | -511,9 | 170 |
| -Acero 316 (PM+Ti) con adición de Ti 1% sensitizado 360 horas | 126,5E-3 | 81,8E-3 | -500,2 | 95,18 |
| -Acero 316 comercial (AC) sensitizado 360 horas | 136,5E-3 | 138,3E-3 | -504,4 | 28,12 |

Fuente: Elaboración propia.

Como se evidencia en la tabla 34 el acero 316 comercial presenta una velocidad de corrosión de 28,12mpy, seguido del acero 316 con adición de Titanio con 95,18mpy y finalmente el acero 316 sin adiciones con 170mpy.

Con la finalidad de comparar el rendimiento de la velocidad promedio de corrosión de las diferentes muestras de acero 316 a dichas condiciones se presenta el grafico 35 de barras:

Gráfica 35: Ensayo de oxidación a alta temperatura comparación del rendimiento en velocidad de corrosión para las diferentes muestras de acero 316.



Fuente: Elaboración propia.

En la gráfica 35 se puede observar las barras identificadas para cada tipo de probeta comparando su rendimiento por temperatura con los dos tipos muestras, sensitizadas y oxidadas.

Para la temperatura de 400°C observando el acero 316 sin adiciones tiende disminuir su resistencia a la corrosión una vez terminado el tiempo de exposición pasando de 146,78mpy a 115,5mpy. De igual forma el acero 316 con adición de titanio baja su velocidad de corrosión en un intervalo de 111,53mpy a 25,52mpy, y finalmente el acero 316 comercial no cambia significativamente con un rango de 18,25mpy a 15,87mpy. Para esta temperatura la resistencia a la corrosión mejoro al finalizar el ensayo

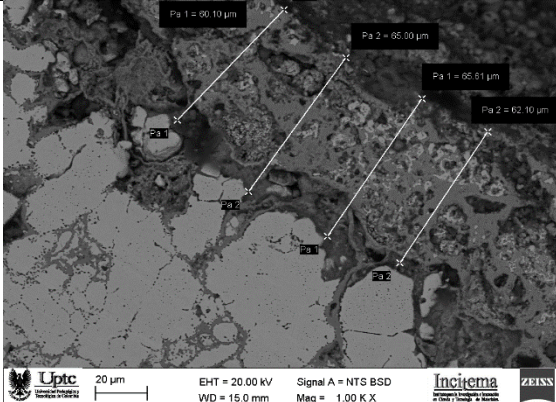
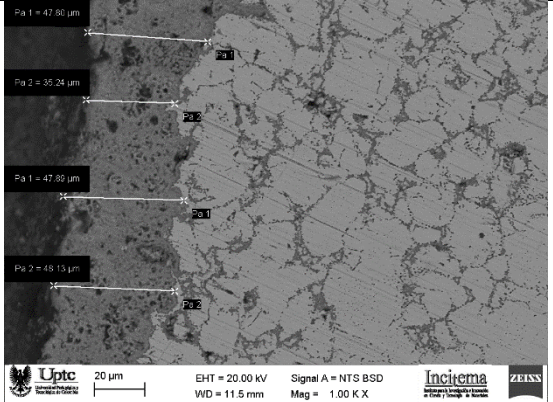
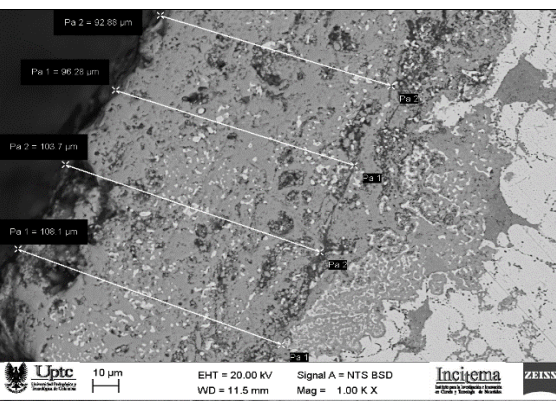
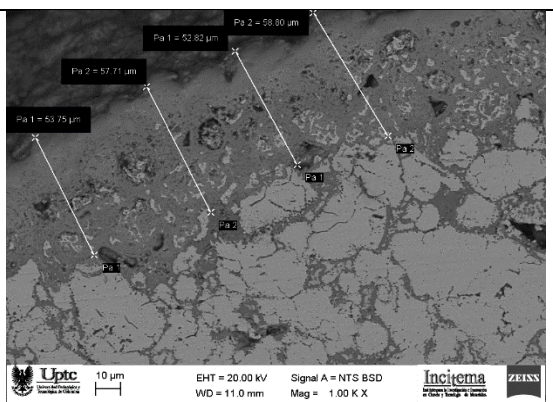
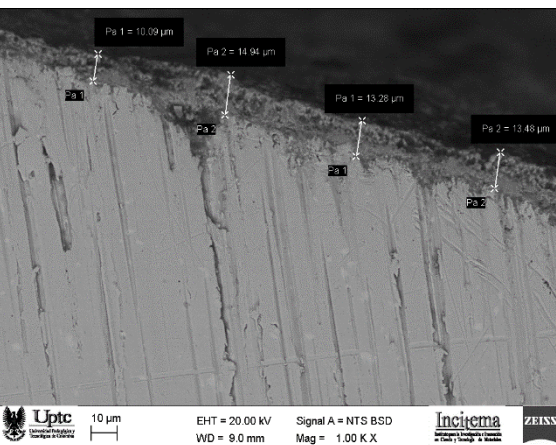
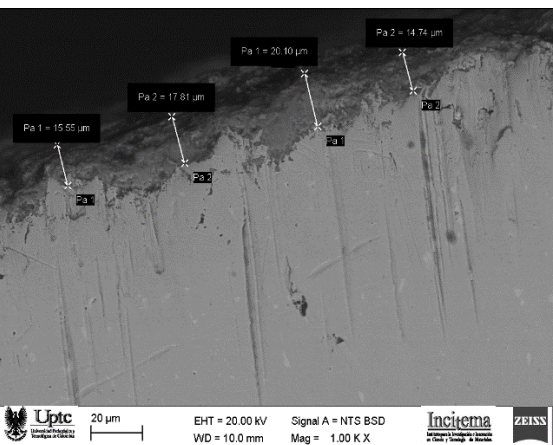
Para la temperatura de 625°C el acero 316 sin adiciones tiende en este caso aumentar su velocidad de corrosión al finalizar el ensayo en un rango de 1,57mpy a 127,7 mpy, seguido del acero 316 con adición de Titanio presentando un intervalo de 0,04mpy a 75,25mpy y finalmente el acero 316 comercial nuevamente tiende a descender su velocidad en el rango de 30,89mpy a 23,48mpy. Al analizar estos resultados tenemos que los aceros 316 pulvimetalúrgicos presentan una resistencia a la corrosión al tiempo de exposición de 360 horas de manera óptima, pero al finalizar el ensayo (500horas) estos pierden nuevamente esta propiedad tomando un elevado valor de velocidad de corrosión. Lo anterior se puede atribuir a que en las primeras 360 horas la capa de óxido tiene una adherencia elevada en la superficie del material ayudando a mejorar la resistencia a la corrosión, pero al darse por terminando el ensayo (500horas) esta capa presenta desprendimientos quitando entonces las propiedades de resistencia a la corrosión. Esto se pudo presentar debido a la fatiga térmica del metal soportada durante la toma de datos ya que se dejan enfriar a temperatura ambiente y nuevamente se llevaba a la temperatura en cuestión.

Finalmente, para la temperatura de 850°C el acero 316 sin adiciones nuevamente evidencia un amento de su velocidad de corrosión en un intervalo de 145,5mpy a 170mpy, seguido del acero 316 con adición de Titanio tiende a aumentar su velocidad de corrosión en un rango de 32,62mpy a 95,18mpy, para finalizar con el acero 316 comercial el cual disminuye su velocidad de corrosión al finalizar el ensayo en un espacio de 35,21mpy a 28,12mpy. Analizando los aceros 316 pulvimetalúrgicos a la temperatura en cuestión estos aumentan su velocidad de corrosión al finalizar el ensayo exponencialmente, destacando el acero 316 con adición de titanio ya que para las tres temperaturas presenta rangos de velocidad de corrosión más bajos que el acero 316 sin adiciones.

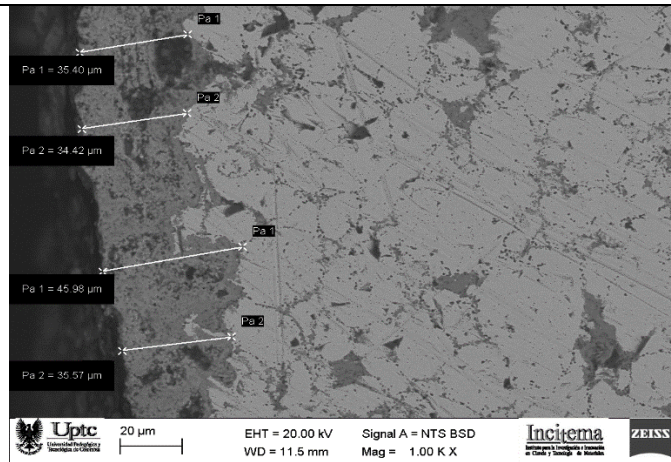
- Ensayo de MEB para medir el espesor de la capa para las diferentes muestras de acero 316 oxidadas a 400°C.

En la tabla 35 se evidencian las fotografías capturadas en el equipo MEB para cada una de las diferentes muestras de acero 316 oxidadas.

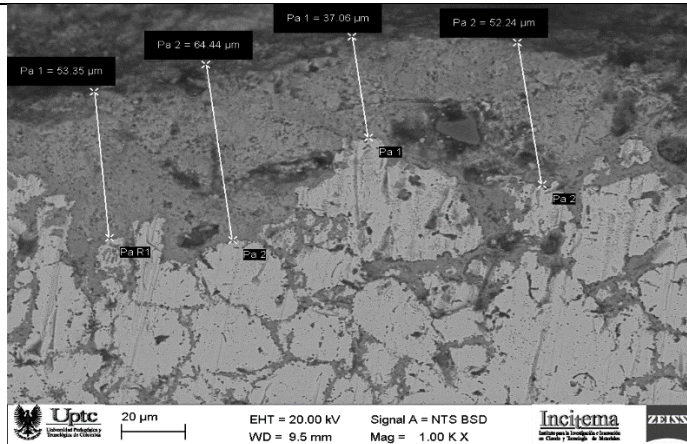
Tabla 35: Espesor de capa de óxido por medio del MEB para muestras de acero 316.

| | |
|---|--|
| <p align="center">-Acero 316 sin adiciones a 400°C</p>  | <p align="center">-Acero 316 sin adiciones a 625°C</p>  |
| <p align="center">-Acero 316 con adición de Titanio a 400°C</p>  | <p align="center">-Acero 316 con adición de Titanio a 625°C</p>  |
| <p align="center">-Acero 316 comercial a 400°C</p>  | <p align="center">-Acero 316 comercial a 625°C</p>  |

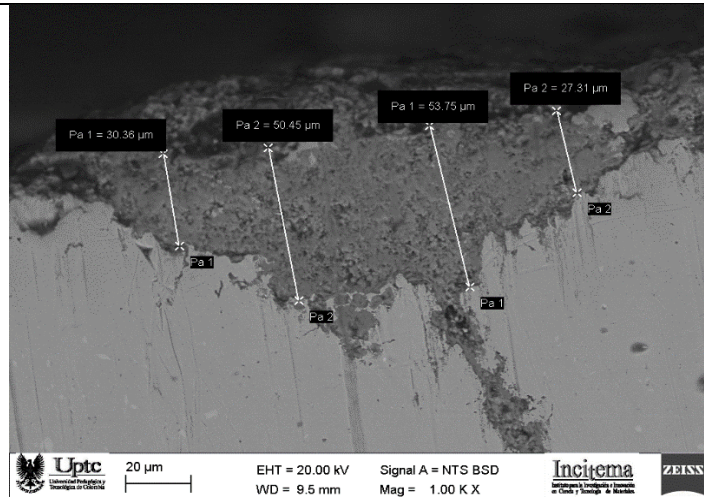
-Acero 316 sin adiciones a 850°C



Acero 316 con adición de Titanio a 850°C



Acero 316 comercial a 850°C



Fuente: Elaboración propia.

Según los resultados obtenidos por el MEB los espesores de capa de óxido se dan a la formación en las diferentes muestras de acero 316 durante la exposición al horno dentro de las temperaturas expuestas en la tabla 35. Adicional a esto se realiza un promedio de tres datos en el área analizada para la capa de óxido en cada muestra.

En la tabla 36 se observa el promedio de espesor de capa de óxido para las muestras de acero 316 oxidadas.

Tabla 36: Espesor de capa promedio para las diferentes muestras de acero 316.

| Muestra | Nº | 400°C | 625°C | 850°C | Promedio | | |
|-----------------------------|----|--------|-------|-------|----------|-------|-------|
| Acero 316 sin adiciones | 1 | 60 µm | 47 µm | 35 µm | 400°C | 625°C | 850°C |
| | 2 | 66 µm | 35 µm | 45 µm | 62 µm | 43 µm | 38 µm |
| | 3 | 62 µm | 48 µm | 35 µm | | | |
| Acero 316 con adición de Ti | 1 | 92 µm | 58 µm | 53 µm | 101 µm | 56 µm | 56 µm |
| | 2 | 103 µm | 57 µm | 52 µm | | | |
| | 3 | 108 µm | 53 µm | 64 µm | | | |
| Acero 316 comercial | 1 | 10 µm | 14 µm | 30 µm | 12 µm | 14 µm | 37 µm |
| | 2 | 13 µm | 16 µm | 27 µm | | | |
| | 3 | 13 µm | 12 µm | 53 µm | | | |

Fuente: Elaboración propia.

- Ensayo de microdureza para las diferentes muestras de acero 316 oxidadas. En la tabla 37 se evidencia la microdureza promedio para las muestras de acero 316 oxidadas:

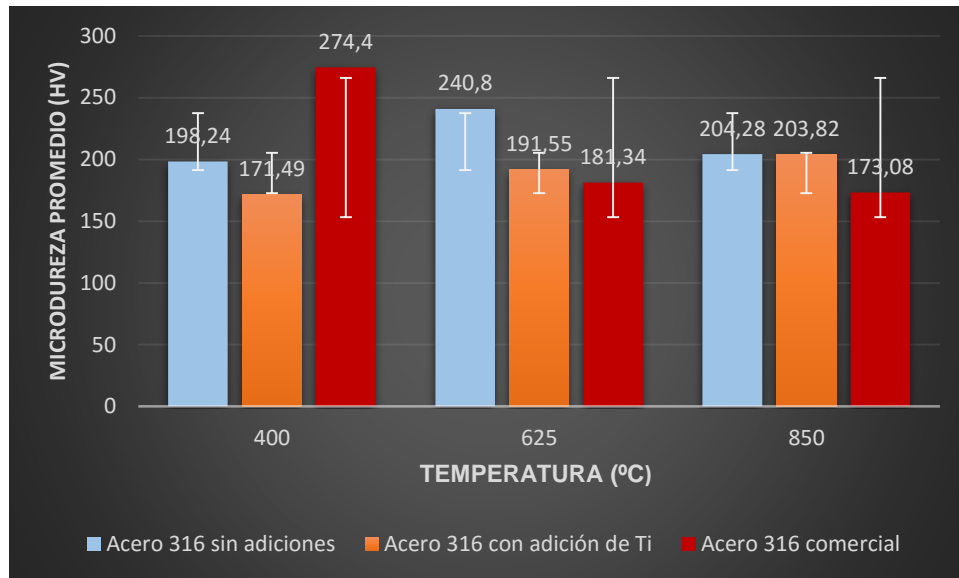
Tabla 37: Reporte de microdureza para las diferentes muestras de acero 316 oxidados.

| Muestra | Temp.°C | Toma de microdureza en la escala Vickers | | | |
|-----------------------------|---------|--|----------|----------|----------|
| | | 1 | 2 | 3 | Promedio |
| Acero 316 sin adiciones | 400 | 192,10HV | 192,61HV | 210,01HV | 198,24HV |
| | 625 | 251,06HV | 223,52HV | 248,08HV | 240,8HV |
| | 850 | 204,8HV | 191,53HV | 216,51HV | 204,28HV |
| Acero 316 con adición de Ti | 400 | 161,69HV | 178,88HV | 173,92HV | 171,49HV |
| | 625 | 195,28HV | 188,94HV | 190,43HV | 191,55HV |
| | 850 | 203,28HV | 211,96HV | 196,23HV | 203,82HV |
| Acero 316 comercial | 400 | 277,33HV | 271,00HV | 274,89HV | 274,4HV |
| | 625 | 184,79HV | 193,37HV | 165,87HV | 181,34HV |
| | 850 | 172,07HV | 177,02 | 170,15 | 173,08HV |

Fuente: Elaboración propia.

Con fines ilustrativos los datos obtenidos para cada muestra por las temperaturas definidas respectivamente se muestran en la gráfica 36:

Gráfica 36: Relación de resultados de microdureza promedio para las diferentes muestras de acero 316 oxidado.



Fuente: Elaboración propia.

Respecto a la gráfica 36 los resultados obtenidos para los aceros 316 pulvimetalúrgicos aumentan su microdureza dentro de la temperatura de 400°C a 625°C y manteniéndose estable finalizando el proceso. Por el contrario, el acero 316 comercial disminuye su microdureza con el aumento de temperatura para cada ensayo, este metal se ve afectado por la fatiga térmica y el ambiente.

7. CONCLUSIONES

- Respecto a la distribución granulométrica de las materias primas, los polvos de aceros 316 evaluados presentan el tamaño de partícula especificado por el fabricante, así mismo los polvos de Titanio.
- En la caracterización de las materias primas se logró establecer que las partículas metálicas presentan morfología irregular beneficiando propiedades como la porosidad del material compactado, tanto del acero 316 sin adiciones como del mismo con adición de Titanio.
- El ensayo de termogavimetría logra evidenciar la simulación del proceso de sinterización dando una idea más precisa de lo que ocurre allí, evidenciando que efectivamente se elimina el lubricante a 400°C y que existen reacciones de tipo endotérmicas y exotérmicas hasta que se logra la sinterización de la muestra.
- La porosidad presentada por parte del acero 316 con adición de Titanio 1% fue menor a la evidenciada por el acero 316 sin adiciones, esto es debido a que las partículas de Titanio ocupan los espacios libres por la matriz; lo anterior favorece también la densidad ya que, a menor porcentaje de porosidad presente, se evidencio un aumento de densidad por parte del material en verde y sinterizado.
- Se logra establecer por medio de preparación metalográfica para las probetas de acero 316 sin adiciones, con adición de titanio y finalmente un acero 316 comercial, la microestructura del material la cual corresponde en general de tipo austenítica.
- En cuanto a la resistencia a la corrosión por el método electroquímico según las curvas típicas Tafel el acero 316 con adición de Titanio presenta velocidades de corrosión más bajas frente al acero 316 sin adiciones; pero su rendimiento frente a esta propiedad no logra ser suficiente para superar el obtenido por el acero 316 comercial el cual es superior para los dos pulvimetalúrgicos; esto es debido a la porosidad intrínseca de los materiales fabricados a partir de polvos metálicos.
- Frente a los ensayos de resistencia a la corrosión por el método gravimétrico se logran obtener datos de velocidad de corrosión más cercanos al comportamiento real del material, donde los valores de mpy son más bajos a los obtenidos por

método electroquímico; resaltando que el rendimiento de las muestras es igual a las que se presentaron en el ensayo electroquímico. Adicional a esto se someten los residuos generados en la solución a fluorescencia de rayos X, teniendo entonces el espectro típico para cada muestra de acero evaluada evidenciando contenidos de elementos tales como Cromo, Níquel, Hierro y en un caso particular para la muestra de acero 316 comercial se hallaron contenidos de Titanio muy bajos. En general el elemento que tiene trascendencia sobre los demás en contenido es el hierro, lo cual indica que en el proceso se deteriora la matriz del metal indicando un fenómeno de corrosión posiblemente intergranular para el caso de los aceros 316 pulvimetalúrgicos.

- En cuanto a la resistencia al desgaste (pin on disk) las muestras de acero 316 comercial son las que obtienen el valor más óptimo para el coeficiente de desgaste frente a las muestras pulvimetalúrgicas. Sin embargo, el acero 316 con adición de Titanio presenta un coeficiente de desgaste menor al evidenciado por el acero 316 sin adiciones, lo cual indica que las adiciones de Titanio en la matriz metálica pueden existir formaciones de carburos o nitruros que contribuyen en la resistencia al desgaste frente a las condiciones establecidas para el mismo.
- Con fines de demostrar que no solamente la resistencia al desgaste y a la corrosión con la adición de Titanio fueron favorables para el acero 316 pulvimetalúrgico se realizó la toma de microdureza para ambos tipos de muestras evidenciando que el acero 316 con Titanio presenta valores de dureza en la escala de Vickers más elevados frente al acero 316 sin adiciones con datos cercanos al acero 316 comercial, al cual claramente no alcanzo a superarlo.
- En el estudio de oxidación a altas temperaturas para la etapa de exposición al horno el acero 316 comercial presenta cambios significativos en su apariencia física, evidenciando coloración tornasol a la temperatura de 400°C y tornándose más oscura a las temperaturas de 600°C y 850°C, adicional a esto el material presenta pérdida de masa entre las ultimas temperaturas mencionadas; en cuanto al acero 316 con adición de Titanio presenta un incremento de masa levemente constante en todas las temperaturas, también su aspecto físico varia tomando un color oscuro a medida en que transcurre el tiempo de exposición a las dichas temperaturas. Sin embargo, el acero 316 sin adiciones presenta una pérdida de masa considerable a la temperatura de 850°C, destacando que a 400°C y a 625°C aumentaba levemente su masa. Comparando el rendimiento de las probetas, la muestra que presenta un comportamiento constante fue la de acero 316 con adición de Titanio.

- En la segunda etapa complementaria para el ensayo de oxidación a altas temperaturas, se caracterizaron las muestras de acero 316 en cuanto a resistencia a la corrosión por el método electroquímico, toma de microdureza y espesor de capa de óxido generada a cada temperatura. Destacando que los aceros 316 pulvimetalúrgicos a la temperatura de 625°C y a 360 horas de exposición presentan una resistencia a la corrosión optima con valores de mpy entre 0,040 y 1,50 logrando superar el rendimiento del acero 316 comercial; por el contrario para las temperaturas de 400°C y 850°C estos aceros pulvimetalúrgicos presentan velocidades de corrosión muy elevadas entre 115,2mpy y 170mpy para el caso del acero 316 sin adiciones y para el que contiene titanio los rangos se presentaron entre 25mpy y 95,18mpy lo cual son valores de deterioro de material muy elevados, pero nuevamente se identifica la diferencia entre la adición de Titanio.
- Los espesores de capa de óxido formada para cada muestra de acero 316 son más notorios en la superficie de los aceros pulvimetalúrgicos, por el contrario, el acero 316 comercial tiene un espesor de capa muy pequeño. Adicional a esto la toma de microdureza evidencia que el acero 316 comercial registra valores descendentes a medida en que se somete a mayor temperatura.
- En general el acero 316 con adición de Titanio presenta una mejoría frente a todos los ensayos evaluados por encima del acero 316 sin adiciones, pero este rendimiento no alcanza a ser lo suficiente para superar al acero 316 comercial. El ensayo de oxidación a altas temperaturas evidencia formación de capa de óxido, pero según los ensayos, esta capa no ayuda a mejorar las propiedades de los materiales si no que por el contrario las deteriora a tal punto de tener velocidades de corrosión muy altas.

RECOMENDACIONES

En cuanto al estudio de resistencia a la oxidación a altas temperaturas se recomienda para futuras investigaciones caracterizar la capa de óxido con el fin de determinar la composición química de la misma para poder tener certeza en cuanto si esa capa resulta aportando mejorías al material o por el contrario la deteriora.

Frente a la compactación de las materias primas en polvo, se recomienda tener en cuenta factores como el tiempo de compactación de la probeta en el dado durante la carga y tener un control de la misma para poder aplicar los valores exactos y requeridos por el material.

En el estudio de exposición al horno para la toma de datos se recomienda tener periodos más prolongados para la toma de datos, ya que la fatiga térmica deteriora las propiedades del material.

Para el estudio de resistencia a la oxidación por el método gravimétrico se recomienda emplear un ensayo complementario al de fluorescencia de rayos x para poder determinar con exactitud especies formadas en la solución.

En cuanto a los resultados obtenidos frente a los ensayos de TGA para el proceso de sinterización se recomienda estudiar cada una de las reacciones presentes en el proceso ya que estas me permiten determinar con exactitud la formación de especies en el material.

Se recomienda para futuras investigaciones realizar un énfasis a las muestras de acero 316 pulvimetalúrgicas frente a los ensayos de corrosión a altas temperaturas específicamente a 625°C muestras “sensitizadas”; ya que estas muestras al analizarlas a las 360 horas por medio del ensayo electroquímico, evidencio una velocidad de corrosión muy baja; por ende, se deben realizar estudios para determinar con exactitud las causas que influyen para que el material se comporte de esta manera.

Frente al ensayo de porosidad por medio del software ImageJ Fiji, se recomienda emplear una técnica que cuente con un estándar para su procedimiento, con el fin de tener un grado de confiabilidad mayor en los resultados.

BIBLIOGRAFÍA

ASHBY, Michael F y JONES, David. Engineering Materials 1, Second Edition. United Kingdom: Butterworth-Heinemann publications, 1996. p. 248.

ASM International. ASM Metal's Handbook. Corrosion. 1992, Vol. 13, p.6.

ASM international. Metals Handbook, vol 1. Properties and Selection: Irons, Steels, and High-Performance Alloys, 10th Edition, ASM international. Ohio, U.S.A. 1990.

ASTM B822-02, Standard Test Method for Particle Size Distribution of Metal Powders and Related Compounds by Light Scattering, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2002.

ASTM E3-01, Standard Practice for Preparation of Metallographic Specimens, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2001. Obtenido de: www.astm.org

ASTM E384 – 17 Standard Test Method for Microindentation Hardness of Materials. PA, 2002.

ASTM G1-03, Standard Practice for Preparing, Cleaning, and Evaluating Corrosion Test

ASTM G31-72(2004), Standard Practice for Laboratory Immersion Corrosion Testing of Metals, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2004.

ASTM G99-95, Standard Test Method for Wear Testing with a Pin-on-Disk Apparatus, ASTM

ASTM. Standard reference test method for making potentiostatic and potentiodynamic anodic polarization measurements. ASTM International, 2002.

ASTM. Standard Test Methods for density of compacted or sintered Powder Metallurgy (PM)

AVNER, Sydney H. Introducción a la metalurgia física, Segunda edición. México: Editorial McGrawHill, 1988. p. 563.

BAUTISTA and others, 'Corrosion Behavior of Powder Metallurgical Stainless Steels in Urban and Marine Environments', *Revista de Metalurgia*, 42 (2007), 175–84 (p.5).
Obtenido de: <http://dx.doi.org/10.3989/revmetalm.2006.v42.i3.17>.

CAPÍTULO 2: METALURGIA DE LA SOLDADURA EN LOS ACEROS INOXIDABLES AUSTENÍTICOS [Anónimo]. Universidad de Piura, 2015, p. 42-58.

CERVANTES, A. 'Construccion de Un Atomizador Con Agua Para Obtener Polvos de Aluminio.', 2006

EUROPEAN POWDER METALLURGY ASSOCIATION. Introduction to Powder Metallurgy, The Process and its Products. 2008.

G S Upadhyaya, 'Powder Metallurgy Technology', 1997, 158 (p. 3)

GARCÍA, Esther. Influencia de la temperatura del revenido en un acero aleado. Tesis pregrado. Universidad de Cantabria. España: Universidad de Cantabria, 2016. p. 13.

GÓMEZ, Cristian. Análisis de propiedades mecánicas y tribológicas de la aleación pulvimetalúrgica de hierro grafitado. Tesis para optar al grado de Ingeniero Mecánico. Cali. Universidad Autónoma de Occidente, Facultad de Ingeniería, Departamento de Energética y Mecánica, 2014.

GORDON Dowson and David Whittaker, Introduction to Powder Metallurgy The Process and Its Products, European Powder Metallurgy Association, 2008, p. 8

GRANADOS Cristancho, Yenny, Importancia De Los Ensayos TGA y DSC en el Estudio de las Propiedades Térmicas de Mezclas Asfálticas, prerequisite pregrado, Bogotá: Universidad Distrital Francisco José De Caldas, 2015 p,17.

GROOVER, Mikell. Fundamentos de Manufactura Moderna: Materiales, Procesos y Sistemas. México, 1997.

HUTCHINGS, Ian. Tribology: friction and wear of engineering materials. Great Britain: Hodder and Stoughton Limited, 1992. p. 273.
International, West Conshohocken, PA, 1995.

KELLY, Robert., et al. Electrochemical Techniques un Corrosion Science and Engineering. New York: Marcel Dekker, 2003, p.384.

LAI, George. High temperature corrosion of engineering alloys. USA: ASM International, 1990. p.231

M.G. Fontana, N.D. Greene, Corrosion Engineering, second ed., New York: McGraw-Hill, 1978. p.350, p.355

MARULANDA, José. Estudio de la resistencia a la oxidación en vapor de aceros inoxidables. Tesis para optar al grado de Doctor en Ciencia de los Materiales. Madrid. Universidad Complutense de Madrid, Facultad de Ciencias Químicas, 2013.

MERINO, Nubia. Fabricación y caracterización de materiales compuestos de matriz metálica reforzados con nanofibras de carbono. Madrid, 2010.

MERINO, Nubia. Fabricación y caracterización de materiales compuestos de matriz metálica reforzados con nanofibras de carbono. Tesis para optar al grado de Doctor. Madrid. Universidad Complutense de Madrid, Facultad de Ciencias Químicas, Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica, 2010. p. 43.

MIKELL P Groover, Fundamentos de Manufactura Moderna: Materiales, Procesos Y Sistemas, 3ra Edición, bk. 347.

PARVATHAVARTHINI, N. and R.K K. Dayal, 'Influence of Chemical Composition, Prior Deformation and Prolonged Thermal Aging on the Sensitization Characteristics of Austenitic Stainless Steels', Journal of Nuclear Materials, 305 (2002), 209–19. Obtenido de: [http://dx.doi.org/10.1016/S0022-3115\(02\)00915-7](http://dx.doi.org/10.1016/S0022-3115(02)00915-7).

PARDO and others, 'Influence of Ti, C and N Concentration on the Intergranular Corrosion Behaviour of AISI 316Ti and 321 Stainless Steels', Acta Materialia, 55 (2007), 2239–51. Obtenido de: <http://dx.doi.org/10.1016/j.actamat.2006.11.021>

PARDO, A., MERINO, M., COY, A. E., Viejo, F., Carboneras, M., & Arrabal, R. (2007). Influence of Ti, C and N concentration on the intergranular Ncorrosion behaviour of AISI 316Ti and 321 stainless steels. Acta Materialia, 55, 2239 – 2251. Obtenido de www.actamat-journals.com.

PÉREZ, Sandra. Evaluación de la resistencia al desgaste y a la corrosión de un MMC sinterizado por plasma. Tesis para optar al grado de Doctor en Ingeniería y Ciencia de los Materiales. Tunja. Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia, Facultad de Ingeniería, 2015. p. 30.

PRINCETON APPLIED RESEARCH. Application Note CORR-4. Subject: Electrochemistry and Corrosion: Overview and Techniques. [En línea]. 2016

PRINCETON APPLIED RESEARCH. Application Note CORR-4. Subject: Electrochemistry and Corrosion: Overview and Techniques. [En línea]. 2018.

PROY, Manuel. Corrosión a alta temperatura de acero al carbono y acero inoxidable austenítico en atmósferas contaminadas por CO₂. Tesis para optar al grado de Doctor. Madrid: Universidad Rey Juan Carlos de Madrid, 2013. p. 32-34.

RODRIGUEZ, A. Obtención de una aleación de acero AISI 316 de baja porosidad por pulvimetalurgia convencional, Tesis de Pregrado. Tunja: Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia, 2017. 90 p

SÁENZ, José. Estudio comparativo de la resistencia a la corrosión de aceros inoxidables austeníticos clásicos, de muy bajo contenido de Níquel y pulvimetalúrgicos. Madrid, 1994.

TREVINO, Alvaro. Desarrollo de una metodología para pruebas de erosión. Tesis para optar al grado de Maestro en Ciencia de la Ingeniería Mecánica con Especialidad en Materiales. Nuevo León: Universidad Autónoma de Nuevo León, Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica, 2004.

UTRILLA, Esteban, M. V. (1995). Tesis doctoral: Estudio de la resistencia a la corrosión en distintos medios agresivos de los aceros inoxidables AISI 304L y 316L preparados por vía pulvimetalúrgica. Madrid, España: Universidad Complutense de Madrid.

VEGA, Juan. Estudio paramétrico de variables de corrosión en fluidos acuosos que contienen CO₂. Tesis para optar al grado de magíster en Metalurgia y Ciencia de los Materiales. Tunja. Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia, Facultad de Ingeniería, 2012.